Ueber die Trennung feinster Gemenge durch Zentrifugieren in schweren Flüssigkeiten.

Von der Technischen Hochschule zu Breslau zur Erlangung der Würde eines Doktor-Ingenieurs genehmigte

Dissertation

Vorgelegt von

Dipl.-Ing. Björn Fougner aus Lippstadt i. W.

Referent:

Professor Dr. Ing. W. Groß

Korreferent:

Professor Dr. L. Milch

Tag der mündlichen Prüfung: 25. Juni 1927.

Erscheint auch in der „Zeitschrift des Oberschlesischen Berg- und Hüttenmännischen Vereins Z. z. Katowice", Heft X und XI/1927.

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

Ueber die Trennung feinster Gemenge durch Zentrifugieren in schweren Flüssigkeiten.

Im Text verwendete Abkürzungen.

v_g = Endgeschwindigkeit, die ein Körper unter dem Einfluß der Schwerkraft annimmt.

v_c = Endgeschwindigkeit, die ein fallender Körper unter dem Einfluß der Zentrifugalkraft annimmt.

$U = \frac{2 R \pi n}{60}$ = Umfangsgeschwindigkeit.

R = Abstand von der Achse der Schleuder.

n = Drehzahl/min.

r = Radius eines festen Teilchens.

S_1, S_2 = spezifisches Gewicht einer Flüssigkeit oder eines festen Körpers.

μ = Koeffizient der inneren Reibung.

In den Untersuchungen von Reinhard[1]) aus dem Jahre 1911, die inzwischen durch die Arbeiten von Wüster[2]), Groß[3]) u. a. wesentlich gefördert worden sind, kann man den Beginn technisch-wissenschaftlicher Erforschung des Steinkohlenwaschbetriebes sehen. Bedauerlicherweise fanden diese hochinteressanten und nützlichen Untersuchungen zunächst nicht den Widerhall, der ihrer Bedeutung entsprach. Einerseits erschien der Praxis infolge der damals günstigen Wirtschaftslage eine Durchforschung ihrer Wäschebetriebe, wie sie heute geboten ist, nicht erforderlich, andererseits gab es vor dem Kriege mit Ausnahme an der Technischen Hochschule Breslau kein unabhängiges Aufbereitungslaboratorium, an dem solche Arbeiten weiter verfolgt wurden. Die Forschungsarbeit auf diesem Gebiet blieb somit auf die Laboratorien der Aufbereitungsfirmen beschränkt, die aber naturgemäß die Ergebnisse ihrer Arbeiten nicht öffentlich bekannt gaben.

In früheren Jahren ausschließlich und auch bisher noch vielfach war die Betriebskontrolle im wesentlichen eine Prüfung der Endprodukte. Entsprechend den Forderungen der Abnehmer wurden die Kohlen auf Feuchtigkeit, Schwefel und Aschengehalt untersucht, daneben wurden die Berge auf ihren Gehalt an brennbarer Substanz geprüft; nur die Kokskohlen wurden im allgemeinen einer weiteren chemischen Untersuchung in einem Kokerei-Laboratorium unterworfen. Abgesehen von einigen wenigen besonders gut geleiteten Wäschen, die zur Ueberwachung ihres Betriebes in gewissen Zeitabständen Probewaschungen vornahmen, fanden solche im allgemeinen nur bei Abnahme oder Umstellung einer Wäsche stat

Ausgehend von der Erkenntnis, daß nicht allein die Untersuchung der Endprodukte als vielmeh die ständige Beobachtung der Arbeitsweise der einzelnen Aufbereitungsmaschinen einen Maßstab für den Virkungsgrad einer Wäsche abgibt, gründet sich die Betriebsüberwachung wie sie heute auf vielen Steinkohlenwäschen gehandhabt oder angestrebt wird, in erster Linie auf Siebanalysen und Waschkurven, aus denen man ein Bild über die Zusammensetzung der Kohlen nach Korngröße und Stoffart erhält. Auf Grund täglicher Untersuchungen, die nach diesen Methoden ausgeführt werden, ist man in der Lage, die Arbeitswise einer Wäsche dauernd zu beobachten und den Betrieb danach zu steuern. Darüber hinaus ist es möglich, vor Einführung neuer Verfahren diese auf ihre Wirtschaftlichkeit und Ueberlegenheit gegenüber den bisher angewendeten zu prüfen und sich so vor Mißerfolgen zu schützen. Des weiteren ist man im Stande, durch Voruntersuchungen, die in der Vorrichtung begriffenen

Flöze auf ihre Aufbereitungsfähigkeit zu prüfen und kann gegebenenfalls auf die Gestaltung der Abbaupläne einen Einfluß ausüben. Gerade dieser letztere Punkt, das Zusammenarbeiten zwischen der Betriebsleitung der Grube und der Aufbereitung ist ein Gesichtspunkt, der in der Praxis noch zu wenig berücksichtigt wird und auf den hinzuweisen Groß[4]) immer wieder Gelegenheit genommen hat. Abgesehen von diesen zu rein wirtschaftlichen Zwecken anzustellenden Untersuchungen sind Siebanalysen und Waschkurven geeignet, der wissenschaftlichen Erforschung der Steinkohlenflöze zum Zwecke ihrer Gleichstellung und für viele andere heute auftauchende Fragen wertvolle Unterlagen zu liefern, was in der Arbeit späterhin noch bewiesen wird. Die Siebanalyse bietet, abgesehen von einer entscheidenden Probenahme für die hier in Betracht kommenden Zwecke keine nennenswerten Schwierigkeiten und bedarf keiner weiteren Erwähnung. Die Waschkurven, die ein Bild über die stoffliche Zusammensetzung von Kohlen, Zwischenprodukten und Abgängen geben, sind das Ergebnis einer Zerlegung dieser Produkte nach dem spezifischen Gewicht. Das für diese Trennung heute vorzugsweise benutzte Verfahren ist die erstmalig von Sergio Bagnara[5]) 1906 zur Bestimmung mechanisch trennbarer Bestandteile in Welsh-Kohlen angewandte „Schwimm- und Sinkanalyse". Bereits im Sommer 1924 wurde in unserem Laboratorium ein Kohlenschlamm hiernach von Dipl.-Ingenieur Mücke[6]) untersucht, doch veranlaßten uns die damals noch bestehenden Unzulänglichkeiten, von einer Veröffentlichung dieser Arbeit abzusehen. Die Grundlagen dieses Verfahrens sind aus der Petrographie und den Bodenuntersuchungen[7]) schon lange Zeit bekannt, bezüglich der zur Verwendung gelangenden Apparatur sowie der als Trennungsmedien benutzten schweren Lösungen sei auf das einschlägige Schrifttum verwiesen[8]).

Soweit es sich um die Untersuchung von Korngrößen über 0,5 mm handelt, liefert die Schwimm- und Sinkanalyse in der bisher üblichen Form mit Leichtigkeit einwandfreie Ergebnisse. Die Schwierigkeiten beginnen, sobald man genötigt ist, Feinkohlen und andere Stoffe kleiner als 0,5 mm zu untersuchen. Diese Notwendigkeit ergibt sich für den Aufbereitungsingenieur heute häufiger als es auf den ersten Blick scheinen möchte. Seit der Einführung der Flotation in die Kohlenaufbereitung zum Zwecke der Veredelung der Kohlenschlämme[9]), deren Teilchengröße etwa zwischen 0 und 1,5 mm liegt, ist man genötigt, auch diese einer ständigen Ueberwachung hinsichtlich ihrer stofflichen Zusammensetzung zu unterwerfen; dasselbe gilt für den auf vielen Zechen in bedeutender Menge trocken abgezogenen Staub (z. B. 0—0,2 mm). Ein weiterer Grund, ein einwandfrei arbeitendes Verfahren zur Untersuchung allerfeinster Korngrößen auszuarbeiten, ist durch wissenschaftliche Gesichtspunkte gegeben. Angeregt durch die klassischen Arbeiten von Stopes und Wheeler[10]) hat man sich auch in Deutschland eingehend mit dem Studium der Gefügebestandteile der Steinkohle beschäftigt. Es liegt durchaus im Rahmen der Möglichkeit, ganze Steinkohlenflöze auf ihren verschiedenen Gehalt an diesen Kohlenbestandteilen zu untersuchen, und daraus Schlüsse auf ihre Entstehung, ihre Aufbereitungsfähigkeit und günstigste Verwendung zu ziehen. Mikroskopische Untersuchungen in unserem Laboratorium haben an zahlreichen Beispielen erwiesen, daß, um die Gefügebestandteile einer Kohle entsprechend den Komponenten eines eng verwachsenen Erzes freizulegen, ein Aufschluß bis auf mindestens 75 μ erforderlich ist.

Ein Verfahren, allerfeinste Wäscheschlämme durch Schwimm- und Sinkanalyse zuverlässig zu untersuchen, ist in einer Arbeit von Groß und Haertel[11]) angegeben. Es hat sich auf diese Weise ein — wie es schien — befriedigendes Gesamtbild ergeben, allerdings wird für das Gut — 0,09 mm kein Kontrollversuch angeführt. Angenommen aber, daß die Trennungen auch qualitativ einwandfrei verlaufen sind, so haftet dieser Art der Untersuchung feinster Korngrößen zweifellos ein Nachteil an. Je nach der Abstufung der spezifischen Gewichte der Trennflüssigkeiten und der mittleren Korngröße dauert eine Scheidung 1—72 Stunden und länger, so daß eine Untersuchung, die eine Zerlegung in acht Fraktionen bewirkt, u. U. zwei Wochen erfordern kann. Rechnerisch läßt sich dies beweisen, wenn man sich zur Ermittlung der Endgeschwindigkeit eines in einer Flüssigkeit fallenden festen Körpers der Stokes'schen Formel bedient[12]):

$$v_g = \frac{2\,(S_2 - S_1) \cdot r^2 \cdot g}{9 \cdot \mu}$$

Zahlenbeispiel:

Spezifisches Gewicht von Tetrachlorkohlenstoff, verdünnt mit Xylol: $S_1 = 1{,}30$
Spezifisches Gewicht einer Kohlensorte: $S_2 = 1{,}32$
Radius eines Kohlenteilchens: $r = 0{,}0035$ cm
Innere Reibung von Tetrachlorkohlenstoff[13]): $\mu = 0{,}01$

Es ist somit:

$$v_g = \frac{2 \cdot 0{,}02 \cdot 0{,}00001225 \cdot 981}{9 \cdot 0{,}01}$$

$$v_g = 0{,}0053 \text{ cmsec}^{-1}$$

Bei einer Fallhöhe von 35 cm entsprechend der bei uns erprobten Versuchsanordnung erfordert diese Scheidung mithin:

$$t = \frac{35}{0{,}0053 \cdot 60} = 110 \text{ min.}$$

Nun muß man sich aber darüber klar sein, daß eine Kohle, die durch ein Sieb DIN Nr. 80[14]) gegangen ist, ein unklassiertes Haufwerk darstellt, in welchem noch sämtliche Korngrößen von 75 μ abwärts vorhanden sind. Zur Veranschaulichung des eben gesagten sei die Siebanalyse eines vom Bureau of Mines untersuchten nordamerikanischen Brennstaubes[15]) wiedergegeben:

Anfallmenge in %	mittlere Korngröße in μ
22,5	60
14,9	50
11,9	40
21,3	30
16,7	20
7,5	10
3,8	5
1,5	2

Dazu kommt noch, daß selbst, wenn man zwischen dem spezifischen Gewicht zweier aufeinanderfolgender schwerer Flüssigkeiten eine Spanne von 0,02 läßt, die Differenz zwischen Flüssigkeit und Kohle oftmals

wesentlich geringer sein wird, indem das spezifische Gewicht einer Kohlensorte sehr nahe an dem dieser Lösungen liegt. Hat man als weiteres Beispiel eine Kohle in eine Lösung vom spez. Gew. 1,30 eingetragen, und bringt man den darin aufgeschwommenen Teil nunmehr in eine Lösung vom spez. Gew. 1,28, so wird ein Teil der Kohle darin aufschwimmen, ein anderer absinken. Besitzt die absinkende Kohle ein mittleres spez. Gew. von 1,285 bei einer Korngröße von $2r = 0{,}004$ cm, so wird

$$v_g = \frac{2 \cdot 0{,}005 \cdot 0{,}000004 \cdot 981}{9 \cdot 0{,}01}$$

$$v_g = 0{,}00044 \text{ cmsec}^{-1},$$

so daß bei einer Fallhöhe von 35 cm die Dauer der Scheidung unter diesen Umständen bereits $t = \frac{35}{0{,}00044.60.60} = 24$ Std. beträgt. Solche Fälle gehören durchaus nicht zu den Seltenheiten und werden uns im weiteren Verlauf dieser Untersuchung bei der Gegenüberstellung der alten und neuen Methode noch beschäftigen. Bei Korn unter 75 μ sind noch bedeutend längere Trennungszeiten beobachtet worden. Wir sind geneigt, diesen Umstand auf eine Reihe die Trennung erschwerende Einflüsse zurückzuführen, die im einzelnen hier näher besprochen werden müssen.

In erster Linie ist die gegenseitige Beeinflussung der einzelnen Kohlenteilchen zu erwähnen; sie kann sich in einer Massenwirkung äußern, teilweise mag sie durch elektrische Ladungserscheinungen verursacht werden. Aus der oben mitgeteilten Siebanalyse ist ersichtlich, daß ein derartig feiner Kohlenstaub in eine Flüssigkeit eingetragen, ein disperses System darstellt, dessen Dispersitätsgrad etwa an die Grenze grobe Dispersionen und echte Kolloide heranreicht. Es ist daher durchaus möglich, daß auch Adsorptionserscheinungen dazu beitragen können, das Ergebnis der Trennung ungünstig zu beeinflussen; u. U. wäre sogar an Brown'sche Bewegung zu denken. All diese Schwierigkeiten werden vermehrt, wenn etwa 10—15% Ton in Form hochdispergierter Teilchen anwesend ist[11]).

Neben diesen den Gang der Trennung erschwerenden Umständen, die durch die physikalischen Eigenschaften der dispersen Phase bedingt sind, muß in den Veränderungen, die das Dispersionsmittel im Verlauf des Versuches erleidet, eine weitere Fehlerquelle gesehen werden. Diese Veränderungen können zweifacher Natur sein, bewirken aber in beiden Fällen eine Verschiebung des spez. Gew. der Lösung. Einmal sind es Temperaturschwankungen, die das spez. Gew. der Flüssigkeiten je nach ihrem Ausdehnungskoeffizienten mehr oder minder stark beeinflussen. Es ist einleuchtend, daß im Verlauf einer Trennung, die sich über einen Zeitraum von etwa 48 Stunden erstreckt, Temperaturunterschiede von 8—10° auftreten können. Bei einem Ausdehnungskoeffizienten des Tetrachlorkohlenstoffes von 0,00123 und einem spez. Gew. von 1,596 bei 18° [18]) würde das spez. Gew. dieser Flüssigkeit bei 10° 1,612 sein. Für einen Versuch, bei dem sich das spez. Gew. der Lösungen fortschreitend um 0,02 ändern soll, derart, daß der Reihe nach Lösungen von 1,30, 1,32, 1,34 usw. benutzt werden, ist eine Veränderung des spez. Gew. um 0,015 durch Temperaturschwankungen, völlig unzulässig. Abgesehen von dieser Veränderung, der die Flüssigkeitssäule als Ganzes ausgesetzt ist, sind besonders Temperaturschwankungen innerhalb einzelner Zonen zu berücksichtigen, die zu Strömungen innerhalb des Scheideapparates Anlaß geben und das Endergebnis fälschen. Durch Anwendung von Thermostaten kann man diese Fehlerquelle zum großen Teil ausschalten, nimmt aber damit Unbequemlichkeiten experimenteller Art in Kauf.

Ein anderer Umstand, der zu einer Veränderung des spez. Gew. der Trennflüssigkeit führen kann, ist die Möglichkeit, daß gewisse feinstdispergierte Teilchen, insbesondere Ton, der sich in Dauerschwebe befindet, mit der Lösung eine Suspension bilden[16]), deren spez. Gewicht dann wesentlich über dem der reinen Lösung liegen muß. Die Folge davon ist, daß eine mehr oder minder große Menge an Schwebendem anfällt, die eigentlich absinken müßte. Ueberblickt man all diese hier aufgezählten Schwierigkeiten und Fehlerquellen, so gelangt man zu dem Ergebnis, daß trotz der Verbesserungsvorschläge von Groß, die in einer vorhergehenden Enttonung der zu untersuchenden Kohle gipfeln[11]), die „Schwimm- und Sinkanalyse auf Grund der Schwerkraft allein" für feinstes Korn von zweifelhaftem Wert ist. Hier eine Verbesserung zu schaffen, ist der Zweck der vorliegenden Arbeit.

Da außer dem spez. Gew. physikalische oder physikalisch-chemische Eigenschaften der Kohle bezw. Kohlenbestandteile zur Zeit nicht bekannt sind, die sich für eine Trennung praktisch auswerten lassen, mußte das spez. Gew. auch weiterhin als Grundlage für eine Trennungsmethode beibehalten werden. Das Ziel, das bei der Umgestaltung der Schwimm- und Sinkanalyse feinster Pulver verfolgt wurde, war Beschleunigung des Trennungsvorganges und Beseitigung der oben angegebenen Fehlerquellen. Es kam also darauf an, eine Kraft einzuführen, die stärker als die Erdbeschleunigung auf die absinkenden und aufschwimmenden Teilchen einwirkt und die groß genug ist, die bei der Beeinflussung der Teilchen untereinander wirkenden Kräfte zu überwinden; sie wurde in der Zentrifugalkraft gefunden.

Theoretische Betrachtungen.

Wie aus der Technik und der Laboratoriumspraxis bekannt ist, gelingt es durch Schleuderkraft feinste feste Bestandteile aus Flüssigkeiten abzuscheiden, auch Emulsionen, ja sogar Gasgemische mehr oder weniger vollkommen von einander zu trennen. Nach Block[17]) lassen sich bei einer Schleuderleistung vom vierzigtausendfachen der Erdbeschleunigung innerhalb 33 Stunden Teilchen aus der Suspension in Wasser abtrennen, die gerade noch durch das Ultramikroskop sichtbar sind. Andererseits genügen Differenzen im spez. Gew. von 0,005, um eine Trennung in der Schleuder erfolgreich durchzuführen. Werden mehrere Bestandteile unterschiedlichen spez. Gew. eines zweiphasigen Systems durch Zentrifugieren getrennt unter der Voraussetzung gleicher Korngröße und Kornform, so erfolgt ihre Schichtung in der Schleuder nach der Masse, d. h. in diesem Falle nach dem spez. Gew. Demzufolge müßte aus einer Suspension Steinkohle in Wasser, die den obigen Bedingungen genügt, durch Zentrifugieren eine Schichtfolge ebenfalls steigenden spez. Gew. zu erzielen sein. Will man also in einem flüssigen Medium, das leichter als irgend einer der auszuschleudernden festen Bestandteile ist, trennen, so kann dies nur unter der Voraussetzung geschehen, daß

sämtliche Teilchen dieses Gemisches von absolut gleicher Korngröße sind, da die Trennung in der Zentrifuge nicht auf Grund des spez. Gew. allein, sondern nach der Masse, also dem Gleichfälligkeitsprinzip[18]) erfolgt. Die Herstellung eines Pulvers, dessen Körner auch nur einigermaßen gleich groß und gleicher Form sind, ist indessen bei den von uns verarbeiteten Feinheiten und den in Frage kommenden Stoffen durch Sieben oder andere Hilfsmittel technisch undurchführbar. Um zu dem gewollten Ziel, der Trennung nach dem spez. Gew. zu gelangen, muß deshalb eine flüssige Phase gewählt werden, die schwerer ist als jeweils einer der abzutrennenden Gemengteile. In dieser Vereinigung von Zentrifugalkraft und Trennung in schwerer Lösung liegt das grundsätzlich neue, wodurch dieses Verfahren sich von allen bisher bekannten unterscheidet.

Es leuchtet ohne weiteres ein, daß die weitgehende Ueberlegenheit dieses Verfahrens gegenüber denjenigen, bei denen lediglich die Erdbeschleunigung wirkt, in der Verkürzung des zeitlichen Ablaufs der Trennung besteht. Darüber hinaus war zu erwarten, daß die Trennung qualitativ wie quantitativ bessere Ergebnisse lieferte, da anzunehmen war, daß die Zentrifugalkraft wirksam genug ist, um die einleitend angeführten Fehlerquellen auszuschalten oder doch wesentlich zu verringern. Um vor Eintritt in die Versuche einen Ueberblick zu erhalten, wie groß die in der Zentrifuge wirksamen Kräfte und die sich daraus für die Trennung ergebenden Zeiten sind, werden folgende theoretische Betrachtungen voran gestellt.

Wir gehen dabei von den Verhältnissen aus, wie sie beim freien Absetzen fester Körper aus einer Flüssigkeit vorliegen und wollen zunächst die Geschwindigkeit ermitteln, mit der ein Korn in einer Flüssigkeit fällt. Hierzu stehen im wesentlichen die in der Aufbereitungstechnik viel benutzten Gleichungen von Rittinger[19]) und Stokes zur Verfügung. Nach ersterem ist:

$$v_g = \sqrt{\frac{d\,(S_2 - S_1)}{S_1} \cdot \frac{4}{3\,\zeta}} \qquad (1)$$

Der Ausdruck $\sqrt{\frac{4\,g}{3\,\zeta}} = a$ ist eine Constante, für die Rittinger bei rauhen unregelmäßigen Körpern den Wert 2,44 experimentell ermittelt hat; hieraus berechnet sich $\zeta = 2{,}2$, andererseits ist nach Stokes:

$$v_g = \frac{2}{9} \cdot \frac{S_2 - S_1}{\mu} \cdot r^2 \cdot g \qquad (2)$$

Während in Gleichung (1) der Reibungswiderstand proportional dem Quadrat der Geschwindigkeit enthalten ist, erscheint er bei Stokes linear. Die Frage, innerhalb welcher Grenzen die beiden Gleichungen gültig sind, ist mehrfach rechnerisch wie experimentell behandelt worden. Allgemein steht fest, daß für größere Korndurchmesser das Rittingersche Gesetz gilt, während die Stokessche Formel nur für geringe Geschwindigkeiten anwendbar ist, bei denen die den Fallkörper umgebende Flüssigkeitshülle nicht zerrissen wird. Eine überzeugende Darstellung dieser Frage ist in dem Lehrbuch von Lamb[20]) gegeben. Führt man danach den Begriff des „kinematischen Reibungskoeffizienten" ein, der durch die Gleichung

$$\nu = \frac{\mu}{\varsigma}$$

definiert ist, worin

μ den Koeffizienten der inneren Reibung

ς das spezifische Gewicht der Flüssigkeit bedeuten, so ist die Bedingung für die Gültigkeit des Stokesschen Gesetzes in der Beziehung festgelegt:

$$\frac{v_g \cdot r}{\nu} \text{ wesentlich } < 1$$

Aus Versuchen, die Atterberg[21]) zur Prüfung des Stokesschen Gesetzes unternommen hat, läßt sich rechnerisch ermitteln, daß der Wert für die sog. Reynoldsche Zahl $\frac{v_g \cdot r}{\nu}$ etwa 0,02 nicht überschreiten darf. Bei größeren Werten tritt demnach die Rittingersche Formel in Kraft; indessen wird aus leicht erklärlichen Gründen innerhalb eines gewissen Uebergangsbereiches keine der beiden Gleichungen genau zutreffen, so daß es sich vielleicht nach dem Vorschlag von Finkey[22]) empfiehlt, in solchen Fällen nach beiden Formeln zu rechnen und den Mittelwert beider Ergebnisse zu wählen.

Nur kurz sei in diesem Zusammenhang darauf hingewiesen, daß auch von Finkey eine Formel zur Berechnung der Grenzgeschwindigkeit bezw. des Grenzdurchmessers[23]) aufgestellt worden ist:

$$v_g = 31 \sqrt[3]{S - 1} \text{ und } d = \frac{0{,}238}{\sqrt[3]{S-1}}$$

Bei einer Differenz der spezifischen Gewichte zwischen Lösung und Sinkstoff von 0,02 erhält man daraus:

$$v = 0{,}84 \text{ cmsec}^{-1} \text{ und } d = 0{,}09 \text{ cm}$$

Diese Werte in die Reynoldsche Zahl eingesetzt ergibt:

$$\frac{v \cdot r}{\nu} = \frac{0{,}84 \cdot 0{,}045 \cdot 1{,}3}{0{,}01} = 4{,}91,$$

da nach obigen Darlegungen aber der Wert 0,02 nicht wesentlich überschritten werden soll, kommt diese Grenzgleichung für unsere Betrachtungen nicht in Frage. In seiner Doktor-Dissertation zitiert Vogel[24]) eine Formel von Allen für den kritischen Durchmesser

$$r^3 = \frac{9\,\mu^2}{2g \cdot S_1\,(S_2 - S_1)}$$

hieraus ergibt sich:

$$v_g = \frac{2}{9} \cdot \frac{(S_2 - S_1)}{\mu} \cdot r^2 \cdot g \cdot \frac{v_g \cdot r}{\nu}$$

Wie man sieht, geht diese Gleichung von der Voraussetzung aus, daß der Grenzfall für die Gültigkeit des Stokesschen Gesetzes bei $\frac{v_g \cdot r}{\nu} = 1$ liegt; wie oben gezeigt, trifft aber diese Annahme nicht zu und somit muß auch diese Gleichung aus unseren Betrachtungen ausscheiden.

Da die Stokessche Formel streng genommen nur für glatte Kugeln gilt, müßte für rauhe unregelmäßige Körper noch ein Korrekturfaktor eingesetzt werden. In dem Buch von Lamb ist ein Weg angegeben, um die Gleichung solchen Verhältnissen anzupassen[25]), indessen geht dies über den Rahmen dieser Arbeit hinaus. Im übrigen dürften bei den sehr geringen Geschwindigkeiten diese Einflüsse nicht allzu erheblich ins Gewicht fallen.

Nach diesen einleitenden Erwägungen können wir dazu übergehen, die für eine Trennung nach dem Schwimm- und Sinkverfahren erforderliche Zeit zu bestimmen. In Berücksichtigung der geschilderten Verhältnisse erscheint es zweckmäßig, zwei extreme Fälle zu unterscheiden.

Fall I

$2\,r = 0{,}007$ cm; $S_1 = 1{,}30$; $S_2 = 1{,}32$.

Nach Stokes ist dann:

$$v_g = 0{,}0053 \text{ cmsec}^{-1}$$

$$\frac{v_g \cdot r}{\nu} = 0{,}0024.$$

Für h = 35 cm ist die für eine Trennung erforderliche Zeit

$$t_1 = \frac{h}{v_g} = 110 \text{ min.} \sim 2 \text{ Std.}$$

Fall II.

$2\,r = 0{,}002$ cm; $S_1 = 1{,}300$; $S_2 = 1{,}305$; dann wird

$$v_g = \frac{2}{9} \cdot \frac{0{,}005}{0{,}01} \cdot 0{,}000001 \cdot 981$$

$$v_g = 0{,}00011 \text{ cmsec}^{-1}$$

$$\frac{v_g \cdot r}{\nu} = 0{,}000014$$

Für h = 35 cm wird

$$t_2 = \frac{h}{v_g} = \text{rd. } 88 \text{ Std.}$$

Hierzu sei bemerkt, daß diese beiden Zahlenwerte nicht nur theoretische Bedeutung haben, sondern — wie später gezeigt wird — experimentell bestätigt wurden. Vorstehenden Berechnungen wurde der Reibungswert $\mu = 0{,}01$ zugrunde gelegt. Durch Versuche mit dem Ostwald'schen Viscosimeter wurde bei 20° ermittelt:

Tetrachlorkohlenstoff: $S = 1{,}5940$; $\mu = 0{,}0102$

Xylol: $S = 0{,}8653$; $\mu = 0{,}0063$

Für die Lösung Tetrachlorkohlenstoff — Xylol von $S = 1{,}25 - 1{,}50$ ergaben sich Werte von etwa $\mu = 0{,}008$ bis 0,009. Diese Differenz glaubte ich hier vernachlässigen zu dürfen, zumal die Fallzeiten in praxi infolge der rauhen und unregelmäßigen Kornbeschaffenheit sowieso größer als errechnet werden.

Diesen durch die Erdanziehung bewirkten Fallzeiten sind nun die Trennungsgeschwindigkeiten beim Zentrifugieren gegenüber zu stellen. Die auf die Masse m von der Erde ausgeübte Anziehungskraft hat die Größe

$$P = m \cdot g;$$

bewegt sich ein Körper von der Masse m im Abstande R um eine Achse mit der Geschwindigkeit U, so ist die auf ihn ausgeübte Schleuderkraft

$$C = m \cdot \frac{U^2}{R}$$

Aus diesen beiden Formeln erhält man die Zeiten, die für eine Trennung in der Zentrifuge erforderlich sind, indem man in den Gleichungen (1) und (2) an Stelle von g den Wert $\frac{U^2}{R}$ einsetzt, wobei die Einwirkung der Schwerkraft als unerheblich ausgeschaltet wird. (Sie wirkt bei der Wanderung im Zentrifugenglas als zweite Komponente und bedingt eine geringe Ablenkung der Wanderungsbahn von der Richtung der Schleuderkraft.)

Fall I.

Die Berechnung dieses Beispiels für Zentrifugieren mit Hilfe der Stokesschen Formel ist nicht mehr zulässig, da in diesem Fall die Reynoldsche Zahl $\frac{v \cdot r}{\nu} = 4{,}5$ ergibt.

Es ist Gleichung (1) zu wählen, daher

$$v_c = \sqrt{\frac{d \cdot (S_2 - S_1) \cdot 4}{2{,}11 \cdot 3 \cdot S_1} \cdot \frac{U^2}{R}}$$

hierin ist

$$U = \frac{2\,R \cdot \pi \cdot n}{60}$$

Sei der Abstand von der Achse der Zentrifuge R = 0,1 m und die Umdrehungszahl n = 4000/min., so ist

$$v_c = \sqrt{\frac{0{,}00007 \cdot 0{,}02 \cdot 4}{2{,}11 \cdot 1{,}3 \cdot 3} \cdot \frac{4 \cdot 01^2 \cdot 9{,}9 \cdot 16 \cdot 10^6}{36 \cdot 1^2 \cdot 0{,}1}}$$

$$v_c = 0.11 \text{ msec}^{-1} = 11 \text{ cmsec}^{-1}$$

Das Trennungsgeschwindigkeitsverhältnis, d. h. das Verhältnis der Geschwindigkeit beim freien Absetzen zu derjenigen, die in der Zentrifuge erreicht wird, ist

$$S = v_c : v_g = \frac{11}{0{,}0053} = \sim 2000$$

Fall II.

Hier gilt nach Stokes:

$$v_c = \frac{2 \cdot 0.005 \cdot 0{,}000001 \cdot 4 \cdot 10^2 \cdot 16 \cdot 10^6 \cdot 99}{9 \cdot 0{,}01 \cdot 36 \cdot 10^2 \cdot 10}$$

$$v_c = 0{,}2 \text{ cmsec}^{-1}$$

Das Trennungsgeschwindigkeitsverhältnis ist daher:

$$S = \frac{0{,}2}{0{,}00011} = 1820$$

Durch diese beiden Zahlen für das Trennungsgeschwindigkeitsverhältnis wird der Vorteil des Zentrifugierens namentlich feinster Teilchen im Vergleich zum freien Absetzen augenscheinlich; Trennungen, für die bisher 88 Stunden erforderlich waren, können in der Schleuder innerhalb weniger Minuten bewirkt werden. Wenn auch in der Praxis die Verhältnisse sich nicht als so günstig herausstellen sollten, wie die theoretischen Betrachtungen es erwarten lassen, da ja bei diesen eine Anzahl von Faktoren unberücksichtigt bleiben mußte, die sich einer Berechnung entziehen, so liegt, selbst wenn die Trennung durch Zentrifugieren nur hundertmal so schnell erfolgt wie die auf Grund der Schwerkraft, hier ein nicht hoch genug zu schätzender Gewinn. Denn während man früher zur Ausführung einer Schwimm- und Sinkanalyse von Korn — 75 μ je nach den Umständen 1—2 Wochen benötigte, läßt sich diese nach dem neuen Verfahren bequem in einem Tage durchführen.

Mit den oben angeführten Zahlen von S = 1800 bis 2000 stehe ich in Widerspruch mit den Ausführungen von Block[26]). Der Grund für diese Unstimmigkeit liegt darin, daß Block den Berechnungen der freien Sinkgeschwindigkeiten die Grashof'sche Formel[27]), die mit der von Rittinger identisch ist, zu Grunde legt, ohne Rücksicht darauf, daß diese bei sehr kleinen Geschwindigkeiten eben nicht mehr gültig ist.

Die Frage, in welchem Maße die eingangs erwähnten Umstände, die das Ergebnis der Trennung ungünstig beeinflussen, durch die Schleuderkraft ausgeschaltet werden, läßt sich rechnerisch nicht beantworten. Sicher ist, daß in den wenigen Minuten, die für eine Trennung erforderlich sind, nur unerhebliche Temperaturschwan-

kungen auftreten können. Ferner ist anzunehmen, daß etwaige Massenwirkungen durch die Zentrifugalkraft völlig überwunden werden. Feinste Teilchen, die etwa Brown'sche Bewegung zeigen, sind allerdings ebenso wie der Schwerkraft auch dem Einfluß der Schleuderkraft entzogen[28]). Im übrigen mußte sich die Brauchbarkeit der Schleuder für die hier gestellte Aufgabe an den Versuchen erweisen, für die folgende Apparatur benutzt wurde.

Die Vorversuche wurden mit einer von Hand angetriebenen Laboratoriumsschleuder mit 4 Bechern durchgeführt; die erreichbare Umfangsgeschwindigkeit betrug etwa 6—10 $msec^{-1}$. Zur Verbesserung und Ausschaltung von Störungen schlossen wir die Schleuder dann an eine Transmission an. Naturgemäß konnten in einer so kleinen Schleuder, wie sie gewöhnlich für medizinische Untersuchungen angewendet wird, nur geringe Mengen bis zu 10 g Kohle verarbeitet werden, die für eine nachfolgende Untersuchung (Veraschung, Verkokungsprobe usw.) nicht ausreichend sind. Es wurde daher, nachdem die Vorversuche befriedigende Ergebnisse gezeitigt hatten, für die weiteren Arbeiten eine von dem Mechaniker des Physiologischen Instituts der Universität Breslau, P. Herrmann, gefertigte hängende Zentrifuge, ähnlich den bekannten Collatz[29]-Zentrifugen, verwendet. Die mit dieser Schleuder erzielten günstigen Resultate veranlaßten uns, um die Durchführung der Versuche zu beschleunigen, eine zweite, stärkere Zentrifuge aufzustellen. Während bei der Hängezentrifuge der Motor mit stehender Achse das Kreuz der Becheraufhängung trägt, ist die weiterhin von uns benutzte Zentrifuge auf einem Tisch montiert und mit Riemenantrieb ausgestattet. Die von beiden Zentrifugen erzeugten Erschütterungen sind so gering, daß im selben Raum während ihres Laufes Wägungen vorgenommen werden können. Beide Zentrifugen sind bei uns zur Zeit als Becherschleuder mit je 4 Gehängen eingerichtet; die größten verwendbaren Schleudergläser fassen etwa 80 ccm. Wir sind aber auch in der Lage, durch Verwendung von Einsätzen mit Schleudergläsern von 20 ccm zu arbeiten, was einmal erforderlich ist, wenn geringe Substanzmengen zur Verarbeitung gelangen sollen oder schwere Flüssigkeiten, deren Preis es verbietet, in den großen Gläsern zu trennen; endlich besteht für uns die Möglichkeit, unter Verwendung dieser kleinen Gläser bei Temperaturkonstanz in schmelzendem Eis zu zentrifugieren. Die Umlaufgeschwindigkeit, die ein am Boden des Bechers liegendes Korn annimmt, ist für die Hängezentrifuge ($n = 3000/min$.)

$$U = \frac{2 \cdot 0{,}17 \cdot 3{,}14 \cdot 3000}{6} = 53\ msec^{-1}$$

für die Zentrifuge mit Riemenantrieb beträgt sie bei voller Umlaufzahl ($n = 5000/min$) rd. 90 $msec^{-1}$.

Der von einem gefüllten Becher bei höchster Umdrehungszahl ausgeübte Druck schwankt je nach der Art des Inhalts und dem Grade der Füllung zwischen 500 und 1700 kg.

Zahlenbeispiel:

$$C = \frac{G \cdot U^2}{g \cdot R}$$

Das Gewicht G setzt sich zusammen aus den Gewichten des leeren Bechers (225 g), des leeren Glases (75 g) und der Füllung (80 g), beträgt also für dieses Beispiel 380 g. Bei einem Radius von 0,17 m und einer Umlaufszahl von $n = 4000/min$ ergibt sich hieraus der Druck zu 1700 kg. Dieser maximal ausgeübte Druck bestimmt die Stärke der einzelnen Konstruktionsteile wie Verbindung zwischen Achsenkreuz und Becher als auch der Einsatzgläser. Die Auswahl eines einigermaßen einwandfreien Glases hat mehrere Monate in Anspruch genommen; die Erzeugnisse von mehreren einschlägigen Firmen wurden geprüft, ohne daß es gelungen ist, ein Glas zu finden, für dessen Haltbarkeit in der Zentrifuge garantiert werden kann. Nachdem sich aus zahlreichen Druckfestigkeitsversuchen ergeben hatte, daß das Glas an sich den auftretenden Beanspruchungen genügte, und daß eine Wandstärke von 2—2,5 mm ausreichend war, vermutete man aus der Art des Bruches, der meistens geradlinig verlief, daß infolge ungenügender Kühlung zurückgebliebene Spannungen für das Versagen der Gläser verantwortlich waren, eine Annahme, die durch mikroskopische Untersuchungen im polarisierten Licht bestätigt wurde. Die von der Firma Leitz gelieferten doppelt gekühlten Gläser haben sich dann im allgemeinen bewährt, wenngleich es bisher nicht zu vermeiden war, daß hin und wieder ein Glas mitten im Versuch sprang; man könnte dabei vielleicht an Schrammungen durch Bestandteile des Versuchsmaterials denken. Bemerkenswert ist, daß Gläser, die nach etwa einstündigem Schleudern nicht zerbrochen waren, im allgemeinen eine beträchtliche Lebensdauer hatten, so daß man von Ermüdungserscheinungen als Zerstörungsursache nicht sprechen kann.

Grundlegende Vorversuche.

Die Mineraltrennung in schweren Flüssigkeiten wird nach dem oben Entwickelten jetzt in der Zentrifuge durchgeführt. Schwere Flüssigkeiten und zu trennende Substanzen werden in einem reagenzglasähnlichen Gefäß aufgeschlämmt, dann der Schleuderwirkung ausgesetzt. Von den Absichten dieser Arbeit ausgehend, versuchten wir zunächst Kohle zu trennen; sie stellte sich als das ungeeignetste Material für grundlegende Versuche heraus, da die physikalische Beschaffenheit, insbesondere das spezifische Gewicht der kohlenpetrographischen Bestandteile ungenügend definiert ist.

Die zunächst zu beantwortende Frage der Anwendbarkeit unserer Methode in Bezug auf die Trennung verschiedener Stoffe geringsten Unterschiedes im spez. Gewicht und feinster Kongröße kann nur unter Verwendung physikalisch einwandfrei definierter Substanzen erfolgen. Zuerst soll die Frage des geringsten Unterschiedes im spez. Gewicht behandelt werden; sie erleidet eine Einschränkung, wie überhaupt das ganze hier geschilderte Verfahren, durch die zur Verfügung stehenden schweren Flüssigkeiten. Bei Zimmertemperatur flüssig und im Preise erschwinglich kamen für uns lediglich Tetrachlorkohlenstoff sowie Bromoform und Azetylen-Tetrabromid in Frage. Ueber die Verwendbarkeit von Tetrachloräthan, Pentachloräthan, Dichloräthylen verweisen wir auf den Aufsatz von Groß und Haertel[11]) sowie einen späteren von Kattwinkel[8]), der im wesentlichen die Ergebnisse der erstgenannten Autoren übernimmt. Die Zahl der in Tetrachlorkohlenstoff auf Grund ihrer spezifischen Gewichte zu trennenden Stoffe ist beschränkt; wir dachten zunächst an chemisch reine organische Substanzen wie Zucker ($S = 1{,}610$) und Maleinsäure ($S = 1{,}590$) oder Zitronensäure ($S = 1{,}542$), deren Differenzen von 0,02 bezw. 0,05 uns günstig erschienen. Es ergaben sich jedoch beim Einrühren in Tetrachlorkohlenstoff coagulations-

ähnliche Zusammenballungen, die durch Zentrifugieren nicht zu lösen waren. Ob diese Erscheinung auf einen Wassergehalt des Tetrachlorkohlenstoffes oder des zur Verminderung des spez. Gew. zugefügten Benzols zurückzuführen ist, oder ob andere Gründe die Ursache waren, kann nicht mit Sicherheit angegeben werden; eine nähere Untersuchung dieses Vorganges lag nicht im Plane dieser Arbeit.

Wir wählten daher andere Stoffe, deren spez. Gew. höher lag, so daß jetzt Tetrachlorkohlenstoff als Trennflüssigkeit nicht mehr in Frage kam, aber Bromoform oder Azetylentetrabromid noch Anwendung finden konnte. Einen weiteren Gesichtspunkt bei der Auswahl der zu trennenden Substanzen bildet die Möglichkeit, nach der Trennung die Reinheit der erhaltenen Fraktionen lediglich durch optische Hilfsmittel zu prüfen, da weder die Zeit noch die Mittel es uns erlaubten, jeden Versuch durch quantitative Analysen auszuwerten. So wählten wir für die ersten Untersuchungen einen außerordentlich reinen carrarischen Marmor und einen bayerischen Graphit. Hier sind die Farbenunterschiede derart, daß beim Mikroskopieren die geringste Verunreinigung sofort auffällt. Von diesen Stoffen wurde zum Zweck der Erprobung des Zentrifugierverfahrens ein Gemisch hergestellt und dieses dann getrennt. Beide Mineralien wurden im Porzellanmörser zerkleinert, bis alles gut durch das Sieb DIN Nr. 80 ging, bei 105° getrocknet und ihr spez. Gew. im Pyknometer bestimmt, wobei sich folgende Mittelwerte ergaben:

Marmor: $s = 2{,}740$
Graphit: $s = 2{,}388$

Als Trennflüssigkeit wurde Azetylentetrabromid ($s = 2{,}975$) verwendet, das mit Benzol auf das gewünschte spez. Gew. gebracht wurde. Die Einstellung des spez. Gew. der Flüssigkeit erfolgte mittels einer Mohr-Westphal'schen Wage mit einer Ablesegenauigkeit von $\pm 0{,}005$.

Da sich die Untersuchung in erster Linie darauf erstrecken sollte, ob die Trennung in der Zentrifuge quantitativ einwandfrei verläuft, wurde folgende Arbeitsweise eingeschlagen. Von jedem Mineralpulver wurde die beabsichtigte Menge eingewogen und dann mit aller Sorgfalt ein gleichmäßiges Gemisch hergestellt. Diese Mischung wurde in das Zentrifugenglas eingetragen und mit der Trennflüssigkeit gut verrührt. In dieser Weise wurde die Füllung für jedes Schleuderglas gesondert vorbehandelt, um die völlige Gleichheit der stofflichen Zusammensetzung der Gemische in jedem Glase zu erzielen. Nach vollzogener Trennung wurde jedes Glas gesondert entleert. Das auf der Trennflüssigkeit schwimmende oder über dieser in Form eines mehr oder minder festen Kuchens aufgerahmte Mineral wurde mit der Flüssigkeit auf ein Filter ausgegossen. Durch etwas längere als zur Trennung erforderliche Schleuderzeit erzielt man ein genügend festes Anhaften des Bodenkörpers am Glas und vermeidet damit die Gefahr seines Uebergießens. Nach Abgießen der Flüssigkeit mit dem leichteren Mineral wurde der Bodenkörper mit Benzol aufgerührt und ebenfalls auf ein Filter gegeben. Die Filter wurden zur Entfernung der schweren Flüssigkeit mehrfach mit Benzol und Aether ausgewaschen, bei 105° getrocknet, das Pulver sorgsam in Wägegläschen abgepinselt und gewogen und aus der Differenz gegen die Einwage der Verlust errechnet. Der Vorteil dieser Arbeitsweise liegt darin, daß eine einzige Trennung, je nach der Zahl der verwendeten Gläser, einen Versuch mit mehrfacher Kontrolle darstellt, bei welchem die Versuchsbedingungen bis in die kleinsten Einzelheiten vollkommen gleich sind, so daß aus den so erhaltenen Versuchsergebnissen auf grundsätzliche Fehler geschlossen werden kann.

Für die ersten fünf Versuche wurden je 0,5 g Graphit und 0,5 g Marmor miteinander gemischt; das spez. Gew. der Flüssigkeit wurde bei jedem Versuch geändert und betrug 2,535 — 2,569 — 2,592 — 2,600 — 2,700. In allen Fällen verlief die Trennung fehlerhaft und ergab an Stelle eines Ausbringens von 50% leichter Substanz (Graphit) ein solches von 55—70%. Der Grund für diese regelmäßig in jedem einzelnen Glase wie bei den verschiedenen Versuchen wiederkehrenden Unstimmigkeiten lag offenbar an einer mangelhaften Benetzung der Substanzen, d. h. der Nichtentfernung anhaftender Gase sowie dem Anhaften sehr feiner Marmorstäubchen an den verhältnismäßig größeren Graphitblättchen. Diese Annahme findet ihre Stütze in der mikroskopischen Beobachtung; es stellte sich heraus, daß in verunreinigten Fraktionen neben einer Anzahl gröberer Körner ein unverhältnismäßig großer Anteil von feinstem Marmorstaub vorhanden war.

Bei den folgenden Versuchen wurde daher das Pulvergemisch sorgfältig, zunächst nur mit einigen Tropfen, zu einer dicken Paste verrührt und dieser dann allmählich Flüssigkeit zugegeben. Außerdem wurde die Differenz zwischen dem spez. Gew. der Flüssigkeit und des Marmors vergrößert, um das Aufsteigen auch der feinsten Marmorpartikel zu verhindern. Der Erfolg dieser Maßnahmen ist aus nachstehenden Tabellen 1—4 zu ersehen. Die Versuche wurden bei einer mittleren Drehzahl von $n = 2700$/min und einer Dauer von 5—10 min durchgeführt.

Tabelle 1.

Trennung: Graphit von Marmor $s = 2{,}388$ $s = 2{,}740$ Trennungsmittel: $s = 2{,}426$

Einwage g		Ausbringen g		Ausbringen %*)	
		Glas I	Glas II	Glas I	Glas II
Graphit:	1,0000	0,9642	0,8438	49,8	49,4
Marmor:	1,0000	0,9691	0,8646	50,2	50,6
Zus.:	2,0000	1,9333	1,7084	100,0	100,0
Verlust bei der Trennung:		0,0667	vor d. Trennung ein Teil verschüttet	3,3	—

*) Gerechnet auf das tatsächliche Ausbringen unter Ausschaltung der Verluste.

Tabelle 2.

Trennungsmittel: $s = 2{,}447$.

Einwage g		Ausbringen g		Ausbringen %	
		Glas I	Glas II	Glas I	Glas II
Graphit:	1,0000	0,9900	0,9984	50,2	51,0
Marmor:	1,0000	0,9810	0,9584	49,8	49,0
Zusammen:	2,0000	1,9710	1,9568	100,0	100,0
Verlust bei der Trennung		0,0290	0,0432	1,5	2,2

Tabelle 3.

Trennungsmittel: $s = 2{,}460$.

Einwage g		Ausbringen g		Ausbringen %	
		Glas I	Glas II	Glas I	Glas II
Graphit:	1,0000	0,9434	0,9467	47,7	48,7
Marmor:	1,0000	1,0348	0,9962	52,3	51,3
Zusammen:	2,0000	1,9782	1,9429	100,0	100,0
Verlust:		0,0218	0,0571	1,1	2,9

Tabelle 4.

Trennungsmittel: s = 2,500.

	Einwage g	Ausbringen g				Ausbringen %			
		I	II	III	IV	I	II	III	IV
Graphit:	0,5000	0,4955	0,4999	0,4988	0,4818	33,6	33,6	33,7	32,9
Marmor:	1,0000	0,9812	0,9895	0,9798	0,9831	66,4	66,4	66,3	67,1
Zusammen:	1,5000	1,4767	1,4894	1,4786	1,4694	100,0	100,0	100,0	100,0
Verlust:	—	0,0233	0,0106	0,0214	0,0351	1,6	0,7	1,4	2,3

Das Ergebnis der in Tabelle 1—4 mitgeteilten Versuche läßt sich kurz folgendermaßen zusammenfassen: Die Trennung von Graphit und Marmor erfolgt nahezu quantitativ; geringe Abweichungen vom Sollausbringen sind auch bei vorsichtigster Arbeitsweise unvermeidlich. Abgesehen von dem Versuch in Tabelle 3, bei welchem eine Ungenauigkeit vorliegt, deren Grund nicht zu ermitteln war, betragen die Abweichungen vom Sollausbringen im Mittel 1%. Unter dem Mikroskop erwiesen sich die beiden erhaltenen Fraktionen als nahezu vollkommen rein; der Gesamtverlust liegt zwischen 0,7 und 3,3 in der Regel um 2%. Abgesehen von Tabelle 1, wo er auf ein Vergießen beim Anrühren zurückzuführen ist, sind die Verluste durch das Abpinseln und Verstauben nach der Filtration und Trocknung begründet, wobei eine gewisse Menge auf dem Filter zurückbleibt. Da es bei diesen Versuchen zunächst weniger darauf ankam, daß das Ausbringen gleich der Einwage ist, als vielmehr darauf, daß die getrennten Fraktionen möglichst rein waren, wurden keine quantitativen, sondern einfache rauhe Filter benutzt, auf denen naturgemäß ein mehr oder minder großer Rückstand blieb.

Nachdem durch diese Versuchsreihe an homogenen Mineralien von bekanntem spez. Gew. bewiesen wurde, daß die Zentrifuge eine in jeder Beziehung einwandfreie Trennung liefert, und die Höhe der unvermeidlichen Verluste festgelegt war, ging man dazu über, ein Gestein durch Zentrifugieren in seine Bestandteile zu zerlegen. Es wurde zunächst auf Anregung von Professor Milch ein Granit von Geppersdorf (Schlesien) verwendet und die Trennung wie die weiterhin beschriebenen in der Zentrifuge mit Riemenantrieb bei einer Umlaufszahl von etwa n = 4000/min durchgeführt.

Wie aus der Gegenüberstellung von Glas I und Glas II zu ersehen ist, kann dieser Versuch als sehr gut bezeichnet werden. Während in den Fraktionen über 2,69 die Uebereinstimmung nahezu vollkommen ist, betragen die Abweichungen in den beiden leichteren Fraktionen zusammen 1,2%. Die einzelnen Fraktionen wurden in einem Polarisationsmikroskop auf ihren stofflichen Inhalt von Professor Milch geprüft. Die außerordentliche Feinheit der Pulver läßt vielfach die optischen Merkmale im Polarisationsmikroskop nicht auf den ersten Blick hervortreten, sondern würde zur Bestimmung der Mengenverhältnisse beispielsweise von Feldspäten und Quarz eine Untersuchung jedes einzelnen Körnchens erfordern, eine Arbeit, deren Zeitaufwand mit dem Ergebnis nicht im richtigen Verhältnis stehen würde. Aus diesem Grunde mußte man auf die Schätzung der prozentualen Zusammensetzung einer Fraktion verzichten und sich auf die Feststellung beschränken, ob die betreffende Fraktion völlig rein, fast rein, wenig rein oder stark gemischt war. Die mikroskopische Untersuchung ergab, daß die Trennung der Granitgemengteile im allgemeinen scharf erfolgt ist, — das Zusammenfallen von Quarz und saurem Plagioklas ist eine Folge gleichen spez. Gew. und mithin unvermeidlich, — doch ließ die Trennung der beiden Glimmerarten voneinander zu wünschen übrig. Dabei ist es wohl möglich, daß der Biotit infolge einer mehr oder minder starken Chloritisierung teilweise ein geringeres spez. Gew. angenommen hat, als ihm sonst eigen ist. Wie schwierig die Trennung der Glimmer überhaupt ist, sei durch ein Zitat aus Rosenbusch[30]) — Mügge belegt: Die „Dichte (der Glimmer) gestattet trotzdem eine Trennung durch schwere Flüssigkeiten nur dann, wenn die Blättchen ziemlich groß sind; im allgemeinen schwimmen kleine Glimmerblättchen wegen ihrer schweren Benetzbarkeit auch auf Flüssigkeiten, die weniger dicht sind als sie." Es schien daher geraten, das Verhalten des Glimmers beim Zentrifugieren etwas näher zu betrachten. Zu diesem Zweck wurde ein Kaliglimmer im Porzellanmörser zu feinstem Pulver verrieben, bis es durch das Sieb DIN 80 ging. Das spez. Gew. dieses Pulvers wurde im Pyknometer bestimmt (der besseren Benetzung wegen mit Toluol) wobei streng darauf geachtet wurde, daß sämtliche Luftblasen durch längeres Evakuieren entfernt wurden. Aus mehreren Beobachtungen ergab sich ein mittleres spez. Gew. des Glimmers von 2,880. Dieses Pulver wurde auf das sorgfältigste mit der Trennflüssigkeit gemischt, mit der Wahrscheinlichkeit einer vollkommenen Benetzung. Das spez. Gew. der Flüssigkeit wurde einmal auf 2,89, dann auf 2,87 eingestellt, und jedesmal 5 min. bei einer Umdrehungszahl von n = 4200/min. geschleudert.

Tabelle 5.

Zerlegung eines Granits von Geppersdorf (Schlesien) zerkleinert auf Korngröße — 75 μ.

Trennungsmittel: Azetylentetrabromid, verdünnt durch Benzol. Einwage: 4 0000 g je Glas.

Fraktion vom Spez. Gew.	Ausbringen % Glas I	Glas II	Bestandteil	Grad der Reinheit
2,50—2,61	38,4	38,9	Alkalifeldspat	Völlig rein
2,61—2,69	58,1	57,4	Quarz + saurem Plagioklas + etwas serizitisiertem Kalifeldspat (daher schwerer)	Fast rein von Kalifeldspat (Frisch oder kaolinisiert)
2,69—2,79	1,6	1,6	Muscovit, Biotit	Andere Beimischungen
2,79—2,90	1,0	1,2	Muscovit, Biotit	nicht vorhanden
+2,90	0,9	0,9	Biotit	Völlig rein
Zusammen:	100,0	100,0		

Hierbei zeigte sich, daß der Glimmer in der leichteren Lösung auf dem Boden des Glases angeschleudert war, während er in der schweren Flüssigkeit auf der Oberfläche schwamm. Nach diesem Versuch ist zunächst anzunehmen, daß es möglich ist, auch Glimmer solcher Feinheit (—0,075 mm. und weniger) in der Schleuder erfolgreich zu trennen, wobei allerdings sorgfältig darauf zu achten ist, daß die Benetzung möglichst vollkommen wird. Diese Frage wäre einer weitergehenden Untersuchung wert; jedoch mußte in der vorliegenden Arbeit darauf verzichtet werden, in diese Materie tiefer einzudringen, da die Versuche an Gesteinen nur bezweckten, die Möglichkeiten festzustellen, die die Zentrifuge bietet, bevor das Verfahren auf die Kohlenuntersuchung angewendet wurde.

Kann man die Untersuchung des Glimmers als maßgebend für den Einfluß der Kornform auf das Zentrifugieren in schweren Flüssigkeiten ansehen, so sollte durch weitere Versuche auch etwas über die minimalen Korngrößen ausgesagt werden. Zu diesem Zweck wurde ein reiner Adular zerkleinert, durch das Sieb DIN 80 abgesiebt, das Pulver in einem 40 cm hohen mit Wasser gefülltem Standglas aufgeschlämmt und durch Sedimentation in die Kornklassen 70 μ, 20 μ, 10 μ und 5 μ zerlegt. Das spez. Gew. des Pulvers wurde zu 2,565 bestimmt und die Flüssigkeit, in welcher es geschleudert wurde, auf 2,580 eingestellt. Es ergab sich, daß bei n = 4000/min. sämtliche Kornklassen ohne Schwierigkeit aus der Lösung schwimmend ausgeschieden wurden. Beobachtungen über die Trennzeiten in der Schleuder konnten nicht angestellt werden, da die Anlaufperiode bis zur höchsten Drehzahl etwa 45 sec, die Auslaufzeit fast 2½ min. beträgt. Für genaue Messungen wäre es erforderlich, Vorrichtungen zu schaffen, die Beginn und Ende des Falles selbsttätig anzeigen. Es konnte lediglich festgestellt werden, daß ein großer Teil des Kornes von 5 μ nach 5 min auf der Flüssigkeit schwamm; bei einer Fallhöhe von 8 cm bedeutet dies eine Geschwindigkeit von 0,027 $cmsec^{-1}$, während sie nach Stokes für das größte Korn unter diesen Bedingungen 0,09 $cmsec^{-1}$ ist. Neben der geringen Korngröße, die bei diesem Versuch behandelt wurde, ist die sehr geringe Differenz zwischen dem spez. Gew. der flüssigen und festen Phase zu beachten, die hier 0,015 beträgt. Daß es gelungen ist, unter diesen Umständen noch Teilchen von 5 μ und kleiner auszuscheiden, ist ein glänzender Beweis für die Leistungsfähigkeit dieser neuen Methode gegenüber allen bisherigen. Nachdem sich so erwiesen hatte, daß staubförmige Teilchen geringsten Unterschiedes im spez. Gew. sich durch Zentrifugieren aus schwerer Lösung trennten, wurde versucht, ein besonders feinkörniges Gestein durch möglichst zahlreiche Einschaltung von Fraktionen in seine Bestandteile zu zerlegen. Als Material für diesen Versuch diente ein Basalt aus Striegau, der im Mörser auf —75 μ zerkleinert wurde; das Versuchsergebnis ist aus Tabelle 6 ersichtlich.

Die mikroskopische Untersuchung zeigte, daß bei diesen Korngrößen von —75 μ der Aufschluß noch nicht vollständig war, sondern daß sämtliche Fraktionen mehr oder minder große Mengen an verwachsenem Material enthielten, so daß eine Aussage über den stofflichen Inhalt der einzelnen Fraktionen nicht erfolgen konnte.

Tabelle 6.

Zerlegung eines Basaltes von Striegau (Schlesien).
Trennungsmittel: Azetylentetrabromid, verdünnt durch Xylol.
Einwage: 6,0000 g je Glas

Fraktion vom spez. Gew.	Ausbringen % Glas I	Glas II	Umdrehungen pro Min.	Versuchsdauer (Min.)
— 2,610	0,26	0,15	3800	15
2,610 — 2 640	1,87	2.46	4000	17
2,640 — 2.673	5,07	4,49	4000	22
2,673 — 2,707	11,33	12.00	4200	33
2,707 — 2,741	8,86	10,52	41' 0	20
2,741 — 2.780	3,86	2,70	4000	18
2,780 — 2,858	4,33	4,00	4000	25
2,858 — 2.977	5,95	6,32	4200	10
+ 2,977	58,47	57,36	—	—
Zusammen:	100,00	100 00	—	—
Verlust:	2,84	4,45	—	—

Tabelle 7.

Trennung eines geschlämmten Kaolins von Meißen.
Trennungsmittel: Azetylentetrabromid.
Einwage: 4,0000 g je Glas; Umlaufzahl: 3800/min.

Fraktion vom spez. Gew.	Ausbringen % Glas I	Glas II	
2 55 — 2,61	90,8	89,8	Kaolin: rein
2,61 — 2,66	9,2	10,2	farblose Körnchen (Quarz)
Zusammen:	100.0	100.0	
Verlust:	1,1	0,8	

Tabelle 8.

Trennung eines geschlämmten Kaolins von Steine (Schlesien).
Trennungsmittel: Azetylentetrabromid.
Einwage: 2,0000 g je Glas; Umlaufzahl: 4000/min.

Fraktion vom spez. Gew.	Ausbringen % Glas I	Glas II	mikroskopischer Befund
2,50 — 2,60	34,5	32,9	kleine wasserhelle Blättchen, kaolinähnlich
2,60 — 2 70	54.8	55,7	der vorigen Fraktion sehr ähnlich
+ 2,70	10,7	11,4	größere weiße Blättchen wahrscheinlich Muscovit
Zusammen:	100,0	100,0	
Verlust:	3,9	1,2	

Tabelle 9.

Zerlegung eines „Rohkaolins" von Geppersdorf.
Trennungsmittel: Azetylentetrabromid.
Einwage: 6,0000 g je Glas; Umlaufzahl: n = 4000/min.

Fraktion vom spez. Gew.	Ausbringen in % Glas I	Glas II	mikroskopischer Befund
— 2,551	4,2	3,7	Kalifeldspat: rein
2,551 — 2,592	44,0	45,5	dasselbe
2,592 — 2,631	11,8	11,7	zersetzte Feldspate und zersetzte Biotitblättchen
2,631 — 2,668	38,1	37,2	Quarz: rein
2,668 — 2,707	0,3	0.3	im wesentlichen zersetzter, vielfach chloritis. Biotit
2,707 — 2,750	0,8	0,8	Kaliglimmer: ziemlich rein
+ 2,750	0,8	0,8	Kaliglimmer: rein
Zusammen:	100,0	100,0	
Verlust:	2,6	2,8	

Aus dem Gebiet der mechanischen Gesteinsanalyse wurden dann noch weiterhin einige Kaoline als solche Stoffe untersucht, die den bisherigen bekannten Trennungsmethoden besondere Schwierigkeiten entgegenstellten.

Die in Tabelle 7—9 wiedergegebenen Versuchsergebnisse bringen keine neuen Gesichtspunkte, sondern bestätigen die Richtigkeit der zuvor mitgeteilten Versuchsreihen. Sowohl die Abweichungen der beiden Parallelversuche wie die Verluste halten sich mit zwei Ausnahmen in den bisher festgestellten Grenzen. Auch der mikroskopische Befund hat zu Beanstandungen keinen Anlaß gegeben, wenn auch nicht geleugnet werden kann, daß das Erscheinen der Glimmer in relativ leichten Fraktionen wieder beobachtet wurde.

Das Gesamtergebnis der bisherigen Versuche läßt sich folgendermaßen zusammenfassen:

1. Die Trennung in der Zentrifuge erfolgt innerhalb einer Fehlergrenze, die im allgemeinen unter 1,5% der Anfallmenge liegt. Die Genauigkeit kann zweifellos durch Reihenversuche nach dem Gesetz des mittleren Fehlers weitgehend heruntergedrückt werden, da systematische Fehler gleichbleibenden Vorzeichens bei dem behandelten Material nicht auftraten.
2. Teilchen von der Größenordnung 5 μ werden bei Anwendung einer einheitlichen Substanz mühelos abgeschieden. Inwieweit dies bei verschiedenen Substanzen, deren Pulver teils Körnchen, teils Blättchenform besitzt, der Fall ist, muß noch geprüft werden.
3. Dichteunterschiede zwischen flüssiger und fester Phase von 0,015 erlauben noch eine vollständige Trennung.
4. Die verschiedenartige Kornform der zu trennenden Substanzen stört im allgemeinen den Trennungsvorgang nicht, doch setzen Stoffe von glimmerartigem Habitus der Trennung einen erhöhten Widerstand entgegen.
5. Die Trennung der Gemengteile ist, soweit Aufschluß vorliegt, nahezu quantitativ.
6. Die bei der angewendeten Methode auftretenden Verluste liegen im Mittel um 2%.
7. Bei einer Abstufung der spezifischen Gewichte um 0,02—0,03 und einer Korngröße von 10—20 μ war eine Trennung in 10—15 min. vollständig beendet und die Trennflüssigkeit vollkommen klar.
8. Die Veränderung des spezifischen Gewichts der Flüssigkeit während des Zentrifugierens war nicht erheblich; die Genauigkeit der Trennung kann in dieser Hinsicht auf 0,003 bemessen werden.

Trennung feinster Steinkohlenpulver.

Die vorstehenden Untersuchungen haben den Erfolg und die Grenzen des neuen Verfahrens klar gelegt; es folgt die Anwendung auf feinste Kohlenpulver. Es werden Trennungen auf Grund des spezifischen Gewichtes vorgenommen, die Versuchsergebnisse nach Art der bekannten Waschkurven zur Darstellung gebracht und mit denen aus einem Schwimm- und Sinkversuch bisheriger Art verglichen. Die Nutzanwendung des neuen Verfahrens muß weiteren Arbeiten vorbehalten werden, die bereits in unserem Aufbereitungslaboratorium in Angriff genommen worden sind. Aus diesem Grunde werden auch die einzelnen abgetrennten Kohlenbestandteile und ihre Eigenschaften nicht näher betrachtet. Wo auf stoffliche Definitionen eingegangen werden muß, werden die alten deutschen Bezeichnungen Glanzkohle, Mattkohle, Faserkohle, Brandschiefer usw. beibehalten, da der Streit um die Nomenklatur der Kohlenbestandteile[31]) eher eine Verwirrung der Begriffe als eine Klärung bewirkt hat. Aus gewissen praktischen Rücksichten werden hier nur oberschlesische Kohlen untersucht, die wie andere im Gang befindliche Arbeiten zeigen, hinsichtlich ihrer Kohlenbestandteile weniger deutlich zu definieren sind.

Bevor auf die Versuche selbst eingegangen wird, ist einiges über die zur Trennung benutzten Flüssigkeiten und die Versuchsanordnung zu sagen. Die Zerlegung von Feinkohlen auf Grund ihres spez. Gew. geschieht fast allgemein in Tetrachlorkohlenstoff (s = 1,596 bei t = 18°). Durch Zumischen von Benzol kann sein Volumengewicht bis zu dem des Benzols als Endglied verringert werden (s = 0,881 bei t = 18°). Zur Abtrennung von Bestandteilen, deren Dichte 1,596 überschreitet, können Bromoform (2,892) und Azetylentetrabromid (2,975) Anwendung finden. Wir haben seinerzeit zuerst die Verwendung von Pentachloräthan, Tetrachloräthan und Dichloräthylen[11]) an Stelle von Tetrachlorkohlenstoff vorgeschlagen. Da diese Flüssigkeiten nach einigen Trennungen (durch teilweise Extraktion von Bitumen oder anderen Kohlenwasserstoffen) braun gefärbt wurden und somit die Beobachtung des Trennungsvorganges erschwerten, verwenden wir heute ausschließlich Tetrachlorkohlenstoff, der sich nach wochenlangem Gebrauch nur schwach gelblich färbt. Zur Verringerung seines spez. Gew. benutzten wir im Anfang der Versuche, wie bereits gesagt, Benzol (S = 80,2°) später Xylol (s = 0,852 bei t = 18°, S = 138,5°), das den Vorzug der geringeren Verdunstung hat. Die Einstellung des spez. Gew. der Flüssigkeit erfolgte mittels nachgeprüfter Präzisionssenkspindeln, die eine Ablesegenauigkeit von ± 0,0002 hatten.

Nach erfolgter Trennung wurde das spez. Gew. der Trennflüssigkeit nochmals bestimmt; diese Maßnahme erwies sich besonders in der ersten Zeit als durchaus begründet. Bei Versuchen, welche länger als 15 min. dauerten, wurde eine beträchtliche Verminderung in der Dichte der Trennflüssigkeit festgestellt, die naturgemäß einen Einfluß auf den Ablauf der Trennung haben mußte. Da die Schleudergläser bei den ersten Versuchen unverschlossen waren, konnte außer Wärmeentwicklung in der Zentrifuge noch eine partielle Verdunstung die Dichteveränderung hervorrufen. Zur Untersuchung dieser Frage wurden je 2 offene und

Tabelle 10.

Veränderung des spez. Gew. der Flüssigkeit während des Zentrifugierens bei offenem und bei verschlossenem Glas.

Versuchsdauer	Glas offen		Glas verschlossen	
Min.	spez. Gew.	Inhalt ccm	spez. Gew.	Inhalt ccm
0	1,2965	54	1,2965	51,0
5	1,2942	51,5	1,2965	50,5
10	1,2923	49	1,2963	50,1
15	1,2895	47	1,2960	49,5
30	1,2823	42	1,2957	48,8
45	1,2792	39	1,2955	48,2
60	1,2760	36	1,2953	47,5

2 geschlossene Gläser mit einem Flüssigkeitsgemisch von der Dichte s = 1,2965 geschleudert und in regelmäßigen Zeitabständen Volumen und Dichte der Flüssigkeit bestimmt.

Nach einstündigem Schleudern betrug die Dichteverminderung der Flüssigkeit laut Tabelle im offenen Glase bereits rd. 0,02, im geschlossenen Glase dagegen nur 0,0012; aus diesen Zahlen ergibt sich die Notwendigkeit, in geschlossenen Gläsern zu trennen. Die Verluste an Flüssigkeit durch Abdunsten betragen nach einer Stunde im offenen Glase 18 ccm = 33% bezw. 3,5 ccm = 7% im geschlossenen Glase und zeigen die Abhängigkeit der Dichteverminderung von der stärkeren Verdunstung des schweren Tetrachlorkohlenstoffes. Völlig läßt sich das Verdampfen der Trennflüssigkeit während des Zentrifugierens nicht vermeiden, da die Gläser nur mit Korkstopfen verschlossen werden können; ein Abdichten derselben mittels Paraffin ist nur beschränkt möglich, da dieses sehr bald von der Flüssigkeit gelöst wird. Es ließen sich auch Gläser mit eingeschliffenem Glasstopfen verwenden, die uns aber zu teuer waren. Bei einer Trennung, die normaler Weise 10—15 min. dauert, kann das spez. Gew. der Flüssigkeit auf ± 0,001 genau eingehalten werden; dies ist für die Trennung und das mengenmäßige Ausbringen in den einzelnen Fraktionen von Bedeutung.

Bei den Versuchen, Steinkohle zu zentrifugieren, beobachteten wir, daß nach einer Versuchsdauer von etwa 5—10 min. die Hauptmenge der Kohle getrennt war; indessen blieb ein mehr oder minder großer Rest nach dieser Zeit noch in Schwebe. Wir nahmen zunächst an, daß diese in der Flüssigkeit schwebende Kohle zufällig die gleiche Dichte wie das Trennungsmittel besaß. Da sich diese Erscheinung jedoch häufiger wiederholte, konnten wir diese Annahme nicht mehr aufrecht erhalten und versuchten durch längeres Schleudern diese Teilchen zum Absetzen zu bringen, jedoch ohne Erfolg. Durch einen Zufall fanden wir später folgende merkwürdige Erscheinung. Bei einem Versuch, der plötzlich abgebrochen werden mußte, wurden die Einsatzgläser aus der Zentrifuge genommen und in einen Halter abgestellt. Als der Versuch nach einer Unterbrechung von etwa 20 min. fortgesetzt werden sollte, zeigte es sich überraschenderweise, daß die Trennung bereits beendet und die Trennflüssigkeit vollkommen klar war. Trotzdem wurden diese Gläser noch weitere 10 min. geschleudert mit dem Ergebnis, daß die ursprüngliche Trübung wiederkehrte. Nach wenigen Minuten Stehenlassen begann die Klärung wieder einzusetzen und war nach reichlich 15 min. vollkommen. Die Ursache dieser Erscheinung, die bei den Versuchen an Gesteinen nie beobachtet wurde, ist uns bis heute nicht bekannt; sie scheint aber an gewisse Kohlenbestandteile gebunden zu sein. Wir konnten nämlich wiederholt feststellen, daß die Trennung sehr leichter Kohlenbestandteile bis zum spez. Gew. 1,27 ebenso wie die sehr schwerer, deren Dichte über 1,50 liegt, glatt verläuft und hierbei die Flüssigkeit klar wird. Hingegen blieb bei den mittleren Fraktionen vom spez. Gew. 1,27 bis 1,50 stets eine gewisse Menge in Schwebe und konnte selbst nach 1—2stündigem Zentrifugieren nicht ausgeschieden werden. Praktische Bedeutung gewinnt diese Erscheinung jedoch nicht; denn einmal waren nur relativ geringe Mengen bis zu höchstens 2% einer Fraktion, d. h. 0,2—0,3% der Gesamtkohle, in Schwebe; andererseits war nach der Trennung der Bodenkörper so fest an das Glas gepreßt, daß das Schwebende zusammen mit dem Aufgeschwommenen mühelos abgegossen werden konnte. War die leichtere Kohlensubstanz in Form eines festen Kuchens aufgerahmt, so bereitete dessen Entfernung im Anfang einige Schwierigkeiten. Um diese zu beheben, versah man die Schleudergläser mit einem engmaschigen Siebkörper, der in die Mitte des Glases eingehängt und nach beendeter Trennung herausgezogen wurde. Diese Vorrichtung brachte jedoch keinen wesentlichen Vorteil, dagegen bewirkte sie, daß nunmehr bei jeder Trennung die Flüssigkeit wieder vollkommen klar war. Dasselbe erreichten wir durch Einsetzen einer Scheidewand in das Glas, doch erschwerte diese wie die Siebkörper das ganze Verfahren, so daß wir bald davon wieder abkamen. Nach einigen Fehlschlägen gelang es in der Folgezeit, das Entleeren der Schleudergläser so auszuführen, daß hierbei Verluste vollständig vermieden werden konnten. Hierbei kam uns die rasche Verdunstung der Trennflüssigkeit sehr zu statten. Nachdem die (erforderlichenfalls vorher etwas aufgelockerte) Hauptmenge des aufgeschwommenen Gutes mit der Flüssigkeit auf das Filter ausgegossen war, ließ man das Glas 2—3 min. stehen; es war nach dieser Zeit so trocken, daß man mit einem Pinsel Reste der aufgeschwommenen Kohle, die an der Wand oberhalb des Bodenkörpers haften geblieben waren, vollkommen verlustlos entfernen konnte. In der gleichen Weise wurde der Bodenkörper behandelt. Das Filtrieren verlief sehr rasch und war im Gegensatz zur Verwendung von Azetylentetrabromid, das nur schwer durchs Filter geht, nach wenigen Minuten beendet. Die gehärteten Filter von Schleicher & Schüll Nr. 575 erwiesen sich als sehr geeignet. Da auf ihnen beim Abpinseln nur 0,01—0,02 g zurückblieben, bedeutet dies entsprechend einer Einwage von 10 g bei acht Fraktionen einen Verlust von max. 1,6%.

Zunächst wurde in einer Reihe kleinerer Versuche, wobei die behandelte Kohle nur in 3 oder 4 Fraktionen zerlegt wurde, das Verhalten der Kohle beim Zentrifugieren geprüft. Es gelang unter Beobachtung der oben geschilderten Vorsichtsmaßregeln und Anwendung der bei den vorbereitenden Versuchen an Gesteinen erprobten Handgriffe, eine Kohle in Fraktionen zu zerlegen, die bei mehrfacher Wiederholung mengenmäßig nahezu übereinstimmten. Aus diesen Versuchen war andererseits zu ersehen, von welcher ausschlaggebenden Bedeutung das Nehmen einer sorgfältigen Probe ist. Gerade bei einer Zerlegung der Kohle in ihre Bestandteile bedeutet eine gründliche einwandfreie Durchschnittsprobe alles; unter diesen Bedingungen erzielt man bei der Trennung brauchbare Resultate, wie folgendes Versuchsergebnis beweist.

Wie aus der letzten Spalte ersichtlich, beträgt der Widerspruch zwischen 2 Parallelversuchen max. 1,1%. Diese Zahl wurde bei einer Reihe von Versuchen nur wenig überschritten; wir können daher annehmen, daß es gelingt, auch Kohle mit einer Genauigkeit von ± 1,5% zu trennen.

Das Verfahren war nun soweit geeicht, daß es auf die systematische Untersuchung von Kohlen angewendet werden konnte. Bevor wir jedoch auf diese ein-

Tabelle 11.

Zerlegung einer oberschlesischen Steinkohle (Redenflöz).

Trennungsmittel: CCl_4 + C_8H_{10}.

Fraktion vom spez. Gew.	Anfallmengen Glas I %	Glas I Σ %	Glas II %	Glas II Σ %	W %
— 1,292	55,5	55,5	55,4	55,4	0,2
1,292 — 1,395	38,3	93,8	37,4	92,8	1,1
1,395 — 1,495	3,0	96,8	4,1	96,9	0,1
+ 1,495	3,2	100,0	3,1	100,0	—

gehen, erscheint es zweckmäßig, zusammenfassend den Gang einer solchen Untersuchung, insbesondere ihre Vorbereitungen, kurz darzustellen. Bei den vielen Nebenarbeiten, die für den eigentlichen Trennungsprozeß erforderlich sind, ist in erster Linie darauf zu sehen, daß diese möglichst wenig Zeit in Anspruch nehmen und nicht einen Teil des Gewinnes, der aus dem Zentrifugieren erwächst, aufzehren.

1. Die Vorbereitung der Kohle.

Von der zu untersuchenden Kohle wird eine möglichst große Probe (4—5 kg) genommen und diese auf etwa 5 mm zerkleinert. Von dieser vorzerkleinerten Kohle wird eine kleinere Probe von 200 g in der Kugelmühle gemahlen, bis alles gut durch das Sieb DIN 80 geht. (Siebsatz von Haver & Boecker, Oelde i. W.). Zur Vermeidung von Verlusten durch Verstauben ist Absiebung unter Verschluß erforderlich. Von diesem Kohlenpulver werden acht Proben zu je 12 g gezogen, diese in Wägegläschen gefüllt und 2—3 Std. bei 105° getrocknet.[32]) Nach halbstündigem Erkalten im Exsikkator werden bei uns aus jedem Glas 10 g auf der schnellschwingenden ungleicharmigen Wage nach Mach in je ein Schleuderglas eingewogen und dieses sorgsam verschlossen.

2. Die Vorbereitung der Trennflüssigkeit.

Je nach dem Zweck, der bei einer Untersuchung verfolgt wird, und der Art der Kohle erfolgt die Zerlegung in eine mehr oder minder große Anzahl von Fraktionen. Für einen vorbereitenden Versuch genügt im allgemeinen eine Abstufung der spez. Gew. von 0,05; in diesem Falle sind folgende Flüssigkeiten vorzubereiten:

1,25—1,30—1,35—1,40—1,45—1,50—1,55—1,60.

Für genauere Untersuchungen wird es zweckmäßig sein, innerhalb der Fraktionen 1,25—1,45 weitgehend zu unterteilen; man kann hierbei bis zu einer Abstufung von 0,005 gehen. Die Zerlegung des Anteils + 1,60 erfordert im allgemeinen nicht so feine Abstufungen; es erscheint hier vorteilhaft, folgende spez. Gew. zu wählen:

1,8—2,0—2,3—2,6—2,9.

Selbstverständlich sind die hier gegebenen Zahlen nicht allgemein gültig; man wird in jedem Falle je nach der Kohlenart gewisse Abänderungen vornehmen, doch ist es zweckmäßig, von vornherein bei der Einstellung der Dichte der Flüssigkeiten ein gewisses System innezuhalten. Im Interesse eines möglichst schnellen Verlaufes der Trennung empfiehlt es sich jedenfalls, die Flüssigkeiten in möglichst viel verschiedenen Dichten ständig vorrätig zu halten; man hat dann nur nötig, unmittelbar vor der Trennung das spez. Gew. der Flüssigkeit genau festzustellen und gegebenenfalls etwas zu korrigieren. Zur Bestimmung der Dichte empfehlen sich geeichte Präzisionsaräometer; sie erlauben sehr rasches Arbeiten und genauere Ablesung als die gewöhnliche Mohr-Westphalsche Wage.

3. Die Vorbereitung der Schleudergläser.

In das mit der Kohlenprobe gefüllte Schleuderglas wird die Flüssigkeit tropfenweise gegeben und mit der Kohle zu einer anfangs dicken Paste verrührt, die durch weitere Flüssigkeitszugabe allmählich verdünnt wird. Das Verhältnis fester Substanz zu Flüssigkeit kann bis 1 : 6 betragen. Die Gläser werden zunächst ¾ gefüllt, dann auf einer Wage ausgeglichen, so daß das Gewicht aller Gläser vollkommen gleich ist. Hierauf ist stets mit peinlichster Sorgfalt zu achten, da Differenzen im Gewicht unliebsame Folgen nach sich ziehen. Nach der Wägung werden die Gläser mit Korkstopfen versehen, deren Gewicht ebenfalls vollkommen gleich sein muß. Hierauf werden die Schleudergläser in die Becher der Schleuder, deren Gewicht bereits bei Anlieferung ausgeglichen sein soll, eingesetzt und die Trennung kann beginnen. Es kann u. U. notwendig sein, um adhärierende Luft von der Staubkohle zu entfernen, sie vor der Mischung mit schwerer Flüssigkeit mit Xylol zu übergießen und andauernd hoch zu evakuieren.

4. Das Entleeren der Gläser.

In Interesse eines schnellen Arbeitsfortganges wird die Trennung mit der leichtesten Flüssigkeit begonnen; es schwimmt dann ein geringer Teil auf, die Hauptmasse bleibt am Boden des Glases. Während des Zentrifugierens, das im allgemeinen 10—15 min. dauert, wird die zum Filtrieren notwendige Apparatur bereitgestellt; bei den verhältnismäßig großen Mengen, die in einer Zentrifuge verarbeitet werden können, empfiehlt es sich, Filter von 15 cm Durchmesser zu verwenden. Die Gläser werden nach der Trennung auf die Filter ausgegossen und nach 2 min. Trocknen sauber abgepinselt. Die Filter gelangen darauf mit den Trichtern in den Trockenschrank, wo sie bei 105° 2 bis 3 Std. verbleiben. Nach halbstündigem Abkühlen im Exsikkator wird die Kohle sorgsam in Wägegläschen entleert und hierin gewogen; die auf dem Filter verbleibende Kohle kann im allgemeinen vernachlässigt werden.

Da jeder Versuch zur Kontrolle mindestens zweimal ausgeführt werden muß, kann man es, wenn man nur eine Zentrifuge besitzt, so einrichten, daß je zwei Gläser zu einem Versuch zusammengefaßt werden. Man hat dabei allerdings den Nachteil der geringeren Anfallmenge, die u. U. für eine Veraschung nicht mehr ausreicht. Da uns zwei Zentrifugen zur Verfügung standen, konnten wir die beiden Versuche auf diesen gleichzeitig ausführen. Bei dieser Arbeitsweise ist eine schnellere Durchführung der Versuche möglich; während des Ganges der einen Zentrifuge kann die andere vorbereitet werden. Auf diese Art kann man eine Schwimm- und Sinkanalyse feinster Kohle mit Kontrollversuch in einem Tage bei 8 Fraktionen ausführen.

Tabelle 12.

Zerlegung einer Kohle vom Einsiedel-Flöz (Karstencentrumgrube Beuthen O.-S.).
Trennungsmittel: CCl_4 + C_8H_{10}.
Einwage: 20 g je Versuch.

Fraktion vom spez. Gew.	Ausbringen g I	Ausbringen g II	Ausbringen % I %	Ausbringen % I Σ %	Ausbringen % II %	Ausbringen % II Σ %
— 1,30	0,14	0,12	0 7	0,7	0,6	0,6
1,30 — 1,35	1,01	1,18	5,2	5,9	6 0	6,6
1,35 — 1,40	6,49	6,18	33,1	39,0	31 5	38,1
1,40 — 1,45	6,20	6,82	31,7	70,7	34,8	72,9
1,45 — 1,50	2,01	1,81	10,2	80,9	9 2	82 1
1,50 — 1,60	1,35	1,37	7,0	87,9	7 0	89,1
+ 1,60	2,37	2 15	12,1	100 0	10,9	100,0
Zusammen:	19,57	19,63	100.0	—	100,0	—
Verlust:	0,43	0,37	2,15		1,85	

Das Ergebnis dieses Versuches ist zufriedenstellend; vergleicht man die Spalten Σ % der Versuche I und II, so ergibt sich eine weitgehende Uebereinstimmung. Lediglich in den Fraktionen 1,35—1,45 treten etwas größere Schwankungen auf. Diese sind nicht auf das Verfahren zurückzuführen; wir haben solche Abweichungen häufig speziell in den genannten Fraktionen angetroffen und nehmen an, daß hier feine Uebergänge im spez. Gew. vorliegen, die erst durch einen Aufschluß weit unter 75 μ beseitigt werden könnten Das Ergebnis dieses Versuches wurde in Form der bekannten Waschkurven aufgetragen (Abb. 2) und hierbei an Stelle des Aschengehaltes das spez. Gew. gesetzt. Da im allgemeinen Parallelität zwischen Aschengehalt und spez. Gew. herrscht, schien für diese Versuche die Ermittlung des Aschengehaltes zunächst nicht erforderlich. Bevor wir jedoch auf diese Darstellungen näher eingehen, soll noch eine Frage von größter Wichtigkeit beantwortet werden: Wie verhalten sich die Ergebnisse der Schwimm- und Sinkanalyse alten Stiles zu denen durch Zentrifugieren.

Zur Klarstellung wurden von einer Kohle 80 g auf 4 Schwimm- und Sinkapparaten und 80 g durch Zentrifugieren in dreizehn Fraktionen zerlegt; die Gegenüberstellung beider Trennungen zeigt Tabelle 13.

Tabelle 13.

Gegenüberstellung der Ergebnisse eines Schwimm- und Sinkversuches unter Einwirkung der Schwerkraft (S) und der Zentrifugalkraft (Z).

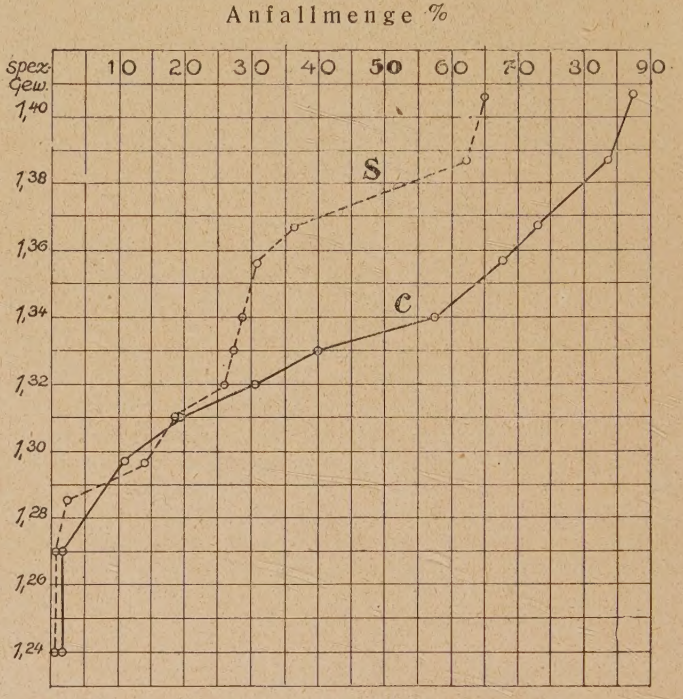
Fraktion vom spez. Gew.	Anfallmenge S %	Anfallmenge S Σ %	Anfallmenge Z %	Anfallmenge Z Σ %	Aschengehalt S %	Aschengehalt Z %
— 1,240	0,2	0,2	1,0	1,0	—	0,77
1,240 — 1,270	0,6	0,8	0,5	1,5	—	0,67
1,270 — 1,285	1,8	2.6	1,1	2,6	—	0,62
1,285 — 1,297	11,2	13,8	8 3	10,9	0,75	0,56
1,297 — 1,310	5,4	19,2	8,6	19,5	2,09	0,55
1,310 — 1,320	7,0	26,2	10,7	30.2	1,02	0,50
1,320 — 1,330	1,4	27,6	9,9	40,1	—	0,48
1,330 — 1,340	1,5	29,1	17,8	57,9	—	0.58
1,340 — 1,356	1,2	30,3	10,4	68.3	—	0 85
1,356 — 1,367	6,0	36,3	5,3	73,6	2,75	0,97
1,367 — 1,387	26.6	62,9	10,1	83,7	3,35	1,42
1,387 — 1,407	2,1	65,0	3,6	87,3	—	2.25
+ 1,407	35,0	100,0	12,7	100,0	10,73	36,75

NB. Die in der Tabelle angegebenen Werte sind Mittelwerte.

Die graphische Darstellung der Ergebnisse aus Spalte 3 und 5 zeigt Abb. I, aus ihr sind die bedeutenden Unterschiede der Trennung nach beiden Verfahren zu ersehen. Anfänglich laufen beide Versuche mit geringen Abweichungen parallel, etwa bis zum spez. Gew. 1,31. Mit wachsendem spez. Gew. entfernen sich die Kurven voneinander und erreichen ihre größte Divergenz bei s = 1,367; auf dem folgenden Abschnitt nähern sie sich ein wenig, um sich gegen Ende wieder stärker von einander zu entfernen. Dies besagt, daß

Abb. I.

Gegenüberstellung der Ergebnisse eines Schwimm- und Sinkversuches unter Einwirkung der Schwerkraft und der Zentrifugalkraft.



S: Trennung auf Grund der Schwerkraft.
C: Trennung in der Zentrifuge.

z. B. bei 1,367 die Trennung auf Grund der Schwerkraft 36,3% das Zentrifugieren dagegen 73,6% des Rohmaterials ausgeschieden hat.

Da die beiden Kurven Mittelwerte von je 4 Versuchsergebnissen darstellen, sind Zufälligkeiten ausgeschlossen. Es muß sich daher um grundsätzliche Unterschiede in den beiden Verfahren handeln. Schon äußerlich deutet der unregelmäßige Verlauf der Linie S an, daß bei diesem Verfahren Fehler oder Störungen vorhanden sein müssen. Nach dem Verlauf dieser Linie wäre anzunehmen, daß in der Rohkohle Bestandteile vom spez. Gew. 1,32—1,35 fast völlig fehlten. Diese Annahme steht in Widerspruch zu unseren bisherigen Beobachtungen: Bei den meisten der von uns untersuchten oberschlesischen Rohkohlen lag die größte Anfallmenge gerade zwischen diesen spez. Gew.; außerdem ist als sicher anzunehmen, daß trotz eines Aufschlusses auf — 75 μ noch sämtliche Uebergänge in den spez. Gewichten vorhanden sind.

Weiterhin deutet das Ergebnis der Veraschung der einzelnen Fraktionen (soweit dies möglich war) darauf, daß die Trennung auf Grund der Schwerkraft fehlerhaft verlaufen ist. So beträgt beispielsweise der Aschengehalt der Fraktion 1,297—1,310 beim Schwer-

kraftversuch 2,09%, beim Schleuderversuch nur 0,50%; umgekehrt weist die schwerste Fraktion nur 10,73% auf gegen 36,75% beim Zentrifugieren. Die Aschengehalte des Schwerkraftversuches schwanken also um einen mittleren Betrag, während sie von einem Mindestwert zu einem Höchstwert regelmäßig fortschreiten sollten. Auch die mikroskopische Untersuchung der Fraktionen zeigte, daß die Trennung auf Grund der Schwerkraft weniger scharf erfolgt ist, als die durch Zentrifugieren. Als Maßstab für die Güte der Trennung kann hier das Auftreten der Glanzkohle innerhalb der einzelnen Fraktionen dienen.

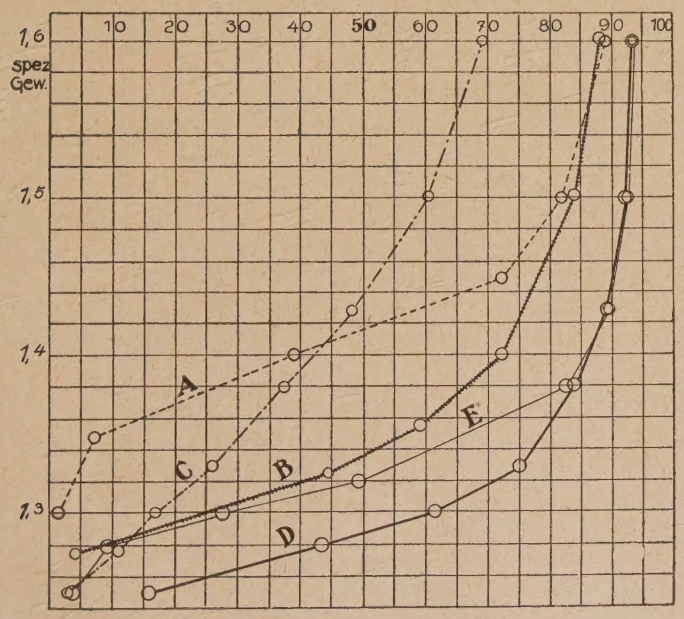
Tabelle 14.

Prozentualer Glanzkohlengehalt der Fraktionen beider Versuche,

Fraktion vom spez. Gew.	Gehalt an Glanzkohle in % S	Z
1,240 — 1,270	2	2
1,270 — 1,285	10	10
1,285 — 1,300	15—20	40
1,300 — 1,310	80—85	92—95
1,310 — 1,320	75—80	85—90
1,320 — 1,330	35—40	85
1,330 — 1,340	45—50	65—70
1,340 — 1,356	20—25	4—6
1,356 — 1,367	8	0

Abb. II.

Zerlegung verschiedener Kohlen auf Grund des spezifischen Gewichts durch Zentrifugieren in schwerer Flüssigkeit.



A: Kohle vom Einsiedelflöz, hangende Partie,
B: Kohle vom Einsiedelflöz, mittlere Partie,
C: Kohle aus den Ostrau-Karwiner Schichten,
D: Kohle aus den Ostrau-Karwiner Schichten, gewaschen,
E: Kohle, gemischt aus Heinitz-, Reden- und Pochhammerflöz.

Zusammenfassend ist festzustellen: Die mikroskopische Untersuchung lehrt, daß die Fraktionen des Schwerkraftversuches stark gemischt sind. Die Anreicherung an Glanzkohle, die bei dem Schleuderversuch innerhalb der Fraktionen 1,30—1,33 über 90% beträgt, ist beim Schwerkraftversuch bedeutend geringer. Dies erklärt die Unterschiede in den Aschengehalten der beiden Versuche und den Verlauf der beiden Linienzüge. Von einer gegebenen Rohkohle kann bei einem bestimmten spezifischen Gewicht nur eine gewisse Höchstmenge eines Bestandteiles mit einem entsprechenden Aschengehalt ausgeschieden werden, sofern der Aufschlußpunkt erreicht ist. Die Trennung wird daher bei demjenigen Versuch am schärfsten erfolgt sein, welcher bei einem bestimmten spezifischen Gewicht die größte Anfallmenge liefert. Auf die hier angewendete graphische Darstellung übertragen bedeutet dies: Von mehreren Linienzügen, erhalten aus der Zerlegung ein und derselben Kohle nach verschiedenen Verfahren, zeigt derjenige das Optimum der Trennung an, welcher am tiefsten liegt. Hieraus folgt, daß durch das Zentrifugieren eine bedeutend schärfere Trennung erzielt wird als bei der Schwimm- und Sinkanalyse auf Grund der Schwerkraft allein.

Zum Schluß dieser Untersuchungen wurden Kohlen verschiedener Flöze nach der beschriebenen Weise in der Zentrifuge in ihre Bestandteile zerlegt und das Ergebnis dieser Versuche Abb. II einander gegenüberstellt. Aus der graphischen Darstellung ist zu ersehen, daß verschiedene Kohlen abweichende Kurvenzüge ergeben. Aus den Kennlinien einzelner Kohlenarten lassen sich eine Reihe technischer und wissenschaftlicher Schlüsse ziehen, insbesondere auf die substantielle Zusammensetzung, die Waschbarkeit usw., Fragen, auf die im Rahmen dieser Arbeit gemäß ihrer Zielsetzung nicht eingegangen wird und die in weiteren Veröffentlichungen des Instituts behandelt werden.

Wir sind mit dieser vergleichenden Gegenüberstellung der Schwimm- und Sinkanalysen feinster Kohlenpulver durch Zentrifugieren wieder zum Ausgangspunkt unserer Arbeit gelangt. Das neue Verfahren ist an geeignetem Material in qualitativer und quantitativer Bewertung entwickelt worden. Seine Bedeutung ist, wie aus dem Vorstehenden hervorgeht, in der Aufstellung von Waschkurven nicht erschöpft. Die mechanische Analyse auf Grund des spez. Gew. der Substanzen, ausdehnbar auf Korngrößen bis unter 5 μ, ist geeignet, uns neue Einblicke in die Zusammensetzung von Stoffen zu geben, die durch chemisch-analytische Methoden vielfach nicht zu gewinnen sind. Ueber die Anwendbarkeit zur Flözgleichstellung ist bereits früher gesprochen worden; man kann sich aber auch leicht vorstellen, daß z. B. Kohlen auf ihre Eignung zum Zweck der Verflüssigung, Verschwelung, oder Verkokung geprüft werden sollen. Durch die Möglichkeit, sie nach dem Verfahren r e i n darzustellen, werden weitere spezifische Eigenschaften festzustellen sein und es kann gelingen, aus einer Anzahl von Flözen oder bestimmter Partien in ihnen, die für den jeweiligen Zweck geeigneten mit Sicherheit herauszufinden. Auch Mischungen, die heute bereits z. B. zur Erzielung bestimmter Kokseigenschaften e m p i r i s c h gemacht werden, können durch die exakte stoffliche Analyse auf sichere rechnerische Grundlage gebracht werden.

LITERATUR.

1. Reinhard: Charakteristik der Feinkohlen und ihre Aufbereitung mit Rücksicht auf das größte Ausbringen. Glückauf 1911, S. 221.
2. Wüster: Neuzeitliche Betriebsüberwachung in Kohlenwäschen. Glückauf 1925, S. 61.
3. Groß: Siebanalysen, Schwimm- und Sinkversuche zur Klärung und Ueberwachung von Aufbereitungsvorgängen, insbesondere der Schaumschwimmaufbereitung. Kohle und Erz 1925, S. 671.
4. Groß: Neue Probleme der Kohlenaufbereitung. Dtsch. Bergwerkstg., Gesolei-Beilage Nr. 6, 1926.
5. S. Bagnara: Screen-sorting analyses by hydrostatic-separation. Eng. Min. Journal Preß 1923, Vol. 116, S. 51.
6. Mücke: Untersuchung eines Kohlenschlammes der Zeche „Fürst Leopold" auf seinen Gehalt an Glanzkohle Mattkohle, Faserkohle, Brandschiefer und Berge. (Dipl.-Arbeit, 1924), Breslau.
7. Keilhack: Lehrb. d. prakt. Geol., 3. Aufl. Bd. II., S. 234.
   Rosenbusch-Wülfing: Mikroskopische Physiographie der Mineralien und Gesteine, 1924, Bd. I, 1., S. 678 ff.
8. Außer 3, 5, 6, 7 siehe noch:
   Dunkel: Zerlegen von Kohlen nach dem spez. Gew. Ztschr. d. Oberschl. B. u. H. V., 1925, S. 604.
   Kattwinkel: Die Bestimmung von Kohle und Gestein in Waschberge und anderen Erzeugnissen der Steinkohlenwäsche, Glückauf 1927, S. 451.
9. Groß: Das Schlammproblem in der Steinkohlenaufbereitung. Ztschr. d. Oberschl. B. u. H. V., 1926, S. 2.
   Groß: Beiträge zur Charakterisierung und Verarbeitung von Kohlenschlämmen. Ztschr. d. Oberschl. B. u. H. V., 1926, S. 588.
10. Stopes and Wheeler: The constitution of Coal. Fuel in Scienee and practice 1924.
11. Groß u. Haertel: Wie erhält man einwandfreie Ergebnisse von Schwimm- und Sinkanalysen feinster toniger Kohlenschlämme. Kohle und Erz 1926, S. 343.
12. Stokes: Velocity of a sphere falling through a viscous liquid. Mathemat. and phys. papers Vol. III. Cambridge 1901.
13. Kohlrausch: Lehrb. d. prakt. Phys. 1923, S. 766.
14. Merkblatt für Kohlenstaubprüfsiebungen besonderer Art und Schiedsanalysen durch Handsiebung.
15. Meldau: Der Industriestaub. VDI-Verlag 1926, S. 46.
16. Löffler: Wann und auf welche Weise beeinflussen suspendierte Teilchen Gewicht und Auftrieb einer Flüssigkeit. Dr.-Diss. Marburg 1906.
17. Block: Die sieblose Schleuder. Leipzig 1921.
18. Treptow: Aufbereitung und Brikettieren 1925, S. 47.
19. Rittinger: Taschenbuch d. Aufbereitungskunde, 1867.
20. H. Lamb: Lehrbuch der Hydrodynamik, 1907, S. 663 f.
21. A. Vogel: Ueber die Dimensionierung der Absitz- und Schlammräume mechanischer Kläranlagen unter besonderer Berücksichtigung der Sinkgeschwindigkeit und der Aufenthaltsdauer. Dr.-Diss, München, 1926, S. 26.
22. Finkey: Die wissenschaftlichen Grundlagen der nassen Erzaufbereitung. Berlin 1924, S. 44.
23. Finkey: a. a. O., S. 47.
24. Vogel: a. a. O., S. 24 f.
25. Lamb: a. a. O., S. 687 ff.
26. Block: a. a. O., S. 28 f.
27. Block: a. a. O., S. 19.
28. Block: a. a. O., S. 59.
29. Collatz & Co.: Elektrische Laboratoriumszentrifugen. Sonderliste Nr. 45.
30. Rosenbusch-Mügge: a. a. O., Bd. I., 2., (1927), S. 559.
31. R. Potonié: Zur Terminologie der petrographischen Bestandteile der Steinkohle (daselbst weitere Literatur). Jahrb. d. Preuß. Geol. Landesanst. f. 1927, Band XLVIII., S. 127 f.
32. H. Broche: Bestimmung der Feuchtigkeit von Kohle und Kohlenstaub-Braunkohle 1927, Heft 1, S. 5.

Lebenslauf.

Ich, Eilert Björn Eduard Fougner wurde am 13. April 1899 als Sohn des Zivil-Ingenieurs Eilert Fougner zu Lippstadt in Westfalen geboren. Ich besuchte das Stadtgymnasium zu Halle a. S., welches ich Ostern 1917 mit dem Reifezeugnis verließ. Die folgende Zeit — im ganzen 22 Monate — praktizierte ich auf einer Reihe von Bergwerken (Braunkohle in Mitteldeutschland, Steinkohle in Sachsen und Oberschlesien). Nach zwei Semestern in Freiberg studierte ich von 1920 bis 1924 in Charlottenburg und 1924 bis 1925 in Breslau bis zum Abschluß mit dem Diplomexamen im Juli 1925.

Vom 1. September 1925 bis 1. Februar 1926 assistierte ich bei dem Direktor des Instituts für Bergbaukunde und Aufbereitung an der Technischen Hochschule zu Breslau, Professor Dr.-Ing. Groß; seit dem 1. Februar 1926 bin ich Assistent am Institut für Markscheidekunde.